

T H E S E

présentée à

L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

par

ALLAN FREDHOLM

pour obtenir le titre de

DOCTEUR

EN SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

MONOCRISTAUX D'ALLIAGES BASE NICKEL
RELATION ENTRE COMPOSITION, MICROSTRUCTURE
ET COMPORTEMENT EN FLUAGE A HAUTE TEMPERATURE

SOUTENUE LE 6 JANVIER 1987

JURY

MM.	J.	LEVY	Président
	M.	CONDAT	Rapporteur
	A.	LASALMONIE	Rapporteur
	D.	FALANCHERE	Examineur
	N.	HANSEN	Examineur
	Y.	HONNORAT	Examineur
	J.L.	STRUDEL	Examineur

A Liliane, Yann et Karin

AVANT - PROPOS

Le travail de recherche présenté dans cette thèse a été effectué au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, sous la direction de Gilles POMEY puis de Jean-Pierre TROTTIER et je tiens à les remercier tous deux pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude. Celle-ci a été financée en partie par la SNECMA et la DRET et a été menée dans le groupe de recherche de Jean Loup STRUDEL.

J'exprime ma reconnaissance à J. LEVY, Directeur de l'Ecole des Mines de Paris, qui a bien voulu me faire l'honneur de présider le jury.

C'est avec plaisir que je remercie Messieurs M. CONDAT, Directeur de Recherche au CNRS et A. LASALMONIE, Maître de Recherche à l'ONERA d'avoir accepté la charge d'être rapporteurs de ce travail. Merci également à Messieurs D. FALANCHERE, Ingénieur à la DRET et Y. HONNORAT, Chef du département Matériaux et Procédés à la SNECMA, pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude en acceptant d'être membres du jury.

Mes plus vifs remerciements à N. HANSEN, Directeur de la section Matériaux du Centre de Recherche de RISO au Danemark, qui s'est déplacé de mon pays natal pour se joindre au jury.

Je suis également reconnaissant envers tous ceux qui ont contribué à ce travail ou qui ont apporté soutien moral et bonne humeur durant son déroulement, et remercierai donc

E. ANDRIEU et D. BLANC, qui m'ont beaucoup apporté par les discussions, réflexions et le travail que nous avons menés ensemble,

P. BOIS et P. BOISSEAU pour les collaborations fructueuses au cours de leur passage au Centre des Matériaux,

J.C. VAN DUYSEN, du Centre de Recherches des Renardières (EDF) pour les analyses chimiques sur lames minces qu'il a effectuées avec compétence et dévouement,

M. BLANC et V. PARIENTI pour les conseils et l'aide apportés dans le domaine de l'analyse d'image, .

D. BLONDEAU pour la qualité de son travail de frappe,

J.M. ESCAMEZ, J. LACAZE, D. LESTRAT, R. MOLLINS, T. MASSART, O. RIVIERE et l'équipe de l'atelier pour leur contribution à une ambiance amicale.

P L A N

Chapitre I : INTRODUCTION	1
Chapitre II : CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANQUES DES ALLIAGES ETUDIES	
II-A. <u>COMPOSITION DES ALLIAGES ETUDIES</u>	7
II-A.1. Choix des alliages	7
II-A.2. Les éléments d'alliage	9
1) Eléments modificateurs des joints de grain	9
2) Partition des éléments majeurs entre γ et γ'	10
3) Rôle des éléments d'alliage	10
II-A.3. Densité des alliages	11
II-B. <u>MICROSTRUCTURE DES ALLIAGES</u>	13
II-B.1. Températures de transformation	13
II-B.2. Fraction volumique de phase γ'	13
1) Méthodes de mesure	13
2) Mesures de fraction volumique de phase γ'	15
II-B.3. Effets microstructuraux des traitements thermiques	18
1) Structure brute de solidification	18
2) Effets de traitements thermiques de remise en solution de la phase γ'	18
3) Traitement de premier revenu	19
4) Traitement de vieillissement	21

II-C. <u>COMPORTEMENT EN FLUAGE</u>	22
II-C.1. Evolution des propriétés mécaniques	22
II-C.2. Effet des traitements thermiques	22
1) Effet du traitement de remise en solution	22
2) Effet du premier revenu	23
3) Effet du traitement de vieillissement	26
III-C.3. Propriétés en fluage des alliages étudiés	27
1) Traitements thermiques retenus	27
2) Caractérisation en fluage dans la gamme 760°C-1050°C	27
III-D. <u>CONCLUSION</u>	30

Chapitre III : L'ECART PARAMETRIQUE, FONCTION DE LA COMPOSITION ET DE LA TEMPERATURE

III-A. <u>METHODES ENVISAGEABLES</u>	32
III-A.1. Instruments de mesure	32
1) Franges δ	32
2) Diffraction des rayons X	33
3) Diffraction des électrons en faisceau convergent	33
4) Dislocations d'interface	34
III-A.2. Etat microstructural des échantillons	36
1) Mesure sur échantillon massif ou extraction	36
2) Microstructure des échantillons massifs	36
a) Taille de la microstructure	36
b) Equilibre du matériau	37

III-B. <u>MESURES DE L'ECART PARAMETRIQUE</u>	40
III-B.1. Mesures à haute température (1050°C)	40
III-B.2. Mesures à température ambiante	41
III-C. <u>INTERPRETATION DES RESULTATS</u>	43
III-C.1. Démarche suivie	43
III-C.2. Effet de la température sur l'écart paramétrique	45
1) Evolution de δ avec la température	45
2) Interaction température/composition	48
III-C.3. Effet de modifications de composition sur l'écart para- métrique à haute température	50
1) Comparaison entre mesures et calcul	50
2) Contribution de chaque élément d'alliage aux variations de δ ..	54
III-D. <u>CONCLUSION</u>	58

Chapitre IV : COALESCENCE ORIENTEE DE LA MICROSTRUCTURE A HAUTE TEMPERATURE SOUS L'EFFET D'UNE CHARGE

IV-A. <u>TYPES DE COALESCENCE ORIENTEE OBSERVES</u>	60
IV-A.1. Premières mises en évidence	60
IV-A.2. Morphologies observées sur les monocristaux	60
IV-A.3. Effet de la température	62

IV-A.4. Modèles existants	63
1) Le modèle de Tien et Copley	63
2) Le modèle de Pineau	64
3) Le modèle de Miyazaki et coll.	65
4) Modèle simple pour le cas d'un écart paramétrique nul	65
 IV-B. <u>RELATION ENTRE LE SIGNE DE L'ECART PARAMETRIQUE ET LE TYPE DE</u> <u>COALESCENCE ORIENTEE</u>	 69
IV-B.1. Résultats expérimentaux	69
1) Recensement des données	69
a) Modes de coalescence observés dans les alliages de la littérature	70
b) Mode de coalescence à 1050°C dans les alliages propres à l'étude	70
2) Relation expérimentale entre mode de coalescence et signe de δ	72
 IV-B.2. Comparaison entre observations expérimentales et prévisions des modèles	 74
1) Récapitulation des prévisions des modèles	74
2) Modules d'Young des phases γ et γ'	74
3) Confrontation des modèles avec les résultats expérimentaux	78
 IV-C. <u>DESCRIPTION DE LA COALESCENCE DE TYPE N DANS LES ALLIAGES A FRACTION</u> <u>VOLUMIQUE DE PHASE γ' ELEVEE</u>	 80
IV-C.1. Description qualitative de la coalescence	80
1) Conditions expérimentales	80
2) Observations	83
a) Alliage 221 flué sous 140 MPa	83
b) Effet de la contrainte (140/180 MPa)	84
c) Comparaison des alliages 211 et 221	84

IV-C.2. Description quantitative	85
1) Démarche	86
a) Limitations	86
b) Choix des paramètres	87
c) Choix des grandissements	90
2) Mesures quantitatives	91
a) Connexité des phases γ et γ'	91
b) Anisotropie	92
c) Mesures relatives à la taille	94
3) Récapitulation des relations entre paramètres morphologiques de la microstructure les propriétés en fluage	99
4) Comparaison avec des mesures de paramètres morphologiques de la littérature	101
IV-D. <u>CONCLUSION</u>	102

Chapitre V : MECANISMES DE DEFORMATION EN FLUAGE A 1050°C DANS DES ALLIAGES A FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE γ' ELEVEE

V-A. <u>STRUCTURES DE DISLOCATIONS AUX DIFFERENTS STADES DE FLUAGE</u>	104
V-A.1. Observations relatives au fluage à 1050°C	104
1) Etat initial de l'alliage 221	104
2) Premiers stades du fluage sous 140 MPa	104
3) Structures présentes après 20h de fluage sous 140 MPa	106
4) Structures observées après 100h de fluage	106
5) Structures de dislocations dans le CMSX-2 après rupture en fluage	108
6) Estimation de la densité de dislocations	108
V-A.2. Modélisation de l'évolution des structures de dislocations dans les interfaces γ - γ' au cours du fluage à 1050°C	109

V-A.3. Comparaison avec d'autres observations	111
1) Modes de cisaillement de la phase γ'	111
2) Relation entre changements morphologiques de la micro- structure et les structures de dislocations	113
V-B. <u>INTERPRETATION DES DEGRES DE RESISTANCE AU FLUAGE A 1050°C</u>	116
V-B.1. Relation expérimentale entre le comportement en fluage à 1050°C et les propriétés physiques	116
V-B.2. Effet de la coalescence sur la vitesse de fluage - Revue bibliographique	117
V-B.3. Les mécanismes de déformation contrôlant la vitesse de fluage ..	120
1) Vitesse de fluage durant les premiers stades	120
a) Interaction entre dislocations et interfaces γ - γ'	120
b) Implications	122
2) Contribution du franchissement de la phase γ' à la défor- mation de fluage	126
3) Evolution de la vitesse de fluage durant le stade primaire	128
a) La montée dans les interfaces γ - γ'	128
b) Le cisaillement de la phase γ	128
4) Modélisation des divers stades du fluage	130
5) Modèle de coalescence orientée basé sur les mouvements de dislocations	132
V-B.4. Valeur optimale de l'écart paramétrique pour la résistance au fluage à 1050°C	132
1) Relation entre δ et stabilité structurale	133
2) Amplitude de δ et traitement thermique optimal	134
3) Fourchette optimale pour l'écart paramétrique	135
V-C. <u>CONCLUSION</u>	136

CONCLUSION GENERALE	139
---------------------------	-----

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	144
-----------------------------------	-----

ANNEXES

<u>ANNEXE I</u> : Elaboration et composition chimique des alliages - Essais de fluage	150
------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

<u>ANNEXE II</u> : Techniques de microscopie électronique	153
-----------------------------------------------------------------	-----

<u>ANNEXE III</u> : Analyse d'images	166
--------------------------------------------	-----

<u>ANNEXE IV</u> : Calcul de composition de phases, de fraction volumique de phase γ' et d'écart paramétrique	170
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

CHAPITRE I

I N T R O D U C T I O N

I - INTRODUCTION

La température des gaz à l'entrée de la turbine (TET) des turboréacteurs est un paramètre déterminant, dont dépendent la consommation et la poussée spécifiques. A titre d'exemple, une augmentation de 50°C de la TET améliore d'environ 10% la poussée spécifique d'un moteur militaire supersonique (1).

Les aubes mobiles sont parmi les pièces soumises aux températures et aux sollicitations mécaniques les plus élevées. Leur tenue mécanique à chaud est donc une limitation importante à l'élévation de la TET.

Durant les vingt dernières années, celle-ci a augmenté d'environ 15°C par an (fig. I-1), notamment grâce à deux facteurs :

- L'introduction, puis le perfectionnement des techniques de refroidissement des aubes, permettant des écarts entre la température des gaz et celle des parois de composants allant jusqu'à 500°C.
- L'amélioration des propriétés des matériaux pour aubes de turbine.

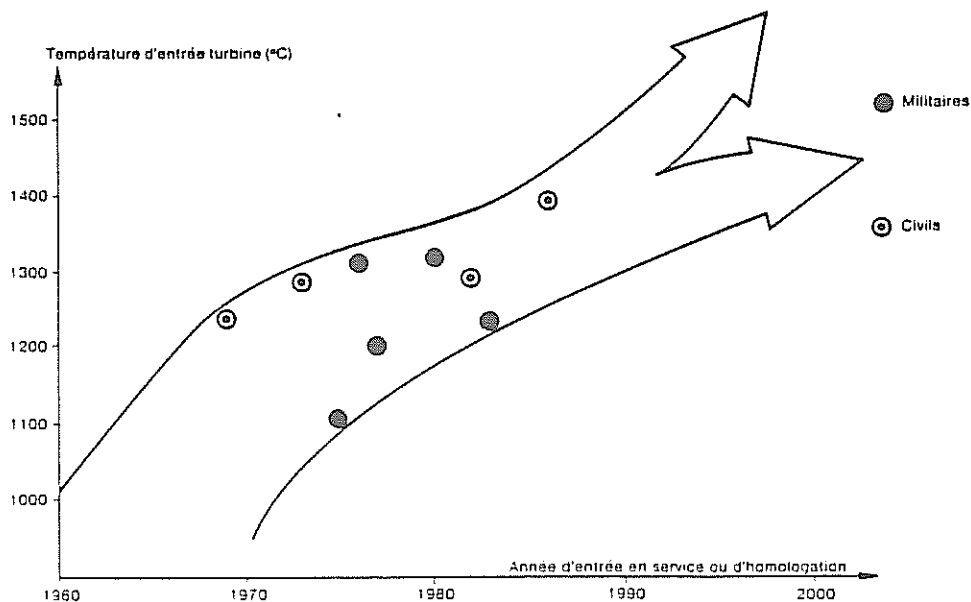


Figure I-1 : Evolution de la température d'entrée turbine.
d'après Herteman (1).

Ces pièces, portées à des températures se situant dans la gamme 750°C-1100°C, sont soumises à des accélérations centrifuges de l'ordre de 100 000g et à d'intenses gradients thermiques. Les qualités requises sont essentiellement :

- la résistance au fluage à haute température
- la tenue à la fatigue thermique
- une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion.

Elles sont traditionnellement fabriquées en superalliage base nickel. De tels matériaux, outre une résistance à l'oxydation convenable, conservent en effet une résistance mécanique élevée jusqu'à des températures proches de leur point de fusion ($\approx 0,8 T_f$). En effet, l'exceptionnelle étendue des domaines de solubilité d'un grand nombre d'éléments d'alliage dans la structure CFC du nickel (phase γ) permet un important durcissement de solution solide. De plus, l'existence et la stabilité du composé intermétallique $Ni_3Al(Ti, Nb, Ta)$ de structure $L1_2$ (phase γ'), qui forme des précipités cohérents avec la matrice γ , apporte un fort durcissement structural. Celui-ci demeure efficace jusqu'à des températures élevées, à cause de la forme particulière de la courbe donnant la limite d'écoulement de Ni_3Al en fonction de la température (fig. I-2) (2).

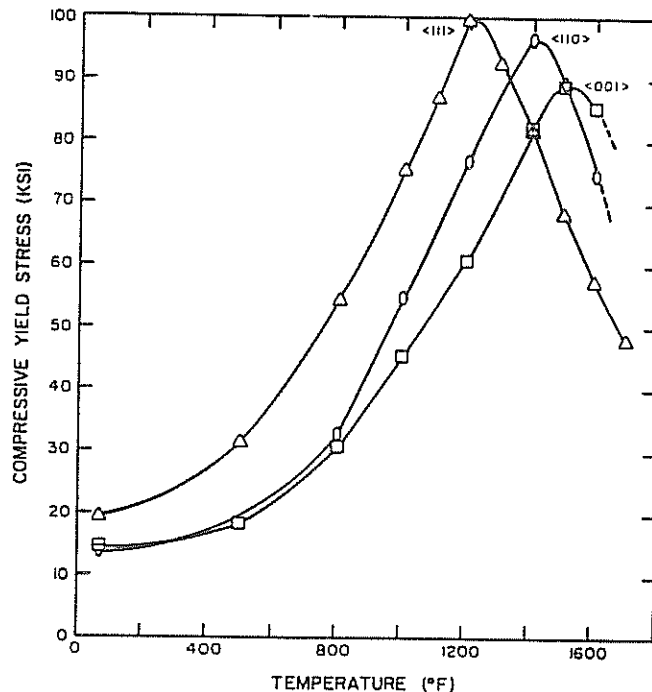


Figure I-2 : Limite d'écoulement en compression en fonction de la température, pour des monocristaux d'orientation $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. D'après Copley et Kear (2).

La recherche de matériaux toujours plus performants a conduit au développement d'alliages contenant des teneurs croissantes de phase γ' , comme le B 1900 ou le Mar M 200, élaborés en fonderie de précision par la technique de cire perdue. L'augmentation de résistance mécanique a cependant été accompagnée dans ces matériaux d'une baisse de ductilité en traction et en fluage à chaud, généralement associée à un mode de rupture intergranulaire.

L'application de techniques de solidification unidirectionnelle résultant en une structure à grains colonnaires, développées par Versnyder et coll. (3,4) au début des années 1960, a permis un accroissement des durées de vie et de la ductilité en fluage. De plus, comme les directions de croissance privilégiées sont du type $\langle 100 \rangle$ pour lesquelles le module d'Young est minimal, les structures colonnaires possèdent également une tenue à la fatigue thermique accrue.

Un pas supplémentaire a été franchi avec le développement de la solidification monocristalline (5). Pour un alliage initialement développé pour la solidification équiaxe comme le Mar M 200, un gain supplémentaire de résistance au fluage par rapport aux structures colonnaires a pu être obtenu. Le perfectionnement de la chimie des alliages colonnaires, comprenant notamment l'introduction de hafnium, a cependant permis à ces structures d'atteindre des propriétés équivalentes à celles des monocristaux. L'importance de l'avènement de la solidification monocristalline réside essentiellement dans le fait qu'elle a ouvert le champ de la chimie des alliages vers de nouveaux domaines de composition qui lui étaient spécifiquement adaptés.

En effet, la présence d'éléments d'addition secondaires tels que le carbone, le bore et le zirconium, nécessaires pour assurer la tenue des joints de grain dans les alliages polycristallins, abaisse considérablement la température de début de fusion des alliages. Leur suppression a par conséquent permis d'augmenter les teneurs en éléments γ' -gènes pour atteindre des fractions volumiques de phase γ' de l'ordre de 70%, tout en bénéficiant de fenêtres de remise en solution de cette phase telles que les amas d'eutectique γ - γ' formés en fin de solidification puissent être redissous, et qu'une quantité maximale de phase γ' puisse ainsi précipiter sous la forme adéquate.

Le motoriste américain Pratt & Whitney a ainsi développé l'alliage PWA 1480 (6) qui a équipé les moteurs JT9D-7R4 des Boeing 767 et Airbus A310 à partir du début des années 1980 (7). Pour sa part, la SNECMA a depuis la fin des années 1970 suscité des recherches de compositions d'alliages pour aubes monocristallines répondant à ses propres spécifications.

Le contexte industriel dans lequel ce travail a été effectué est celui d'un programme de développement d'alliages mené en parallèle par la SNECMA, IMPHY S.A. et les laboratoires de l'ONERA et du Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris. Ce programme a abouti à la définition puis à la protection (8) d'un domaine de composition dans lequel les propriétés mécaniques à chaud, notamment en fluage, sont plus élevées que dans les matériaux commerciaux existants.

Ce mémoire ne relatara cependant pas la démarche et les résultats qui ont constitué l'apport du Centre des Matériaux à ce programme, et qui ont fait l'objet de plusieurs rapports de contrats (9-14). Nous centrerons cette étude sur un des phénomènes marquants du fluage à haute température d'alliages base nickel γ - γ' que constitue la coalescence orientée de la microstructure. Ces phénomènes ont été mis en évidence il y a une vingtaine d'années, et des études menées sur des monocristaux d'orientation [001] ont rapidement montré que deux types de morphologie de coalescence pouvaient se développer. Celles-ci ont par la suite été observées dans un vaste domaine de températures (750-1050°C) pour des matériaux très différents, contenant des fractions volumiques de phase γ' d'environ 20% à 70% aux températures de sollicitation. De plus, plusieurs approches théoriques, visant à prévoir le type de morphologie de coalescence en fonction de la contrainte appliquée et de paramètres physiques des matériaux ont, été développées.

Malgré ces efforts tant expérimentaux que théoriques, il n'existe pas, sur deux problèmes précis, de consensus clair établi sur des données expérimentales fiables :

- Quel est le rôle des propriétés physiques, notamment de l'écart paramétrique existant entre les phases γ' et γ

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma}}$$

et de son signe, sur le mode de coalescence orientée ?

- La coalescence orientée entraîne-t-elle une dégradation de la résistance au fluage, est-elle au contraire un mode de renforcement, ou n'a-t-elle aucun effet ?

L'on remarque également que les tentatives de description quantitative des morphologies de coalescence orientée sont restées pratiquement inexistantes.

Comme support expérimental à cette recherche, nous avons sélectionné une dizaine de matériaux couvrant un vaste domaine de compositions et parmi lesquels figurent des alliages commerciaux ainsi que des nuances mises au point dans le cadre du programme de développement d'alliages.

Au chapitre II, nous avons présenté, de façon relativement sommaire, des données relatives à la composition, la microstructure et le comportement en fluage des matériaux retenus, lorsque ceux-ci se présentent sous la forme de monocristaux d'orientation [001].

Le chapitre III est consacré à la mesure de l'écart paramétrique par la méthode des dislocations d'interface. Cette méthode est en effet bien adaptée pour évaluer l'écart paramétrique à des températures supérieures à 1000°C. Une corrélation entre morphologie de coalescence et δ n'a en effet un sens que si la valeur de l'écart paramétrique à la température de sollicitation est considérée. La comparaison des valeurs de δ à température ambiante et à 1050°C nous permettra d'établir les lois de variation avec la température, et de déterminer l'influence de la composition sur ces lois. Enfin, nous développerons un modèle simple pour prévoir l'effet de variations de composition sur l'écart paramétrique et pour chiffrer la contribution apportée par chaque élément d'alliage.

Le chapitre IV traitera des phénomènes de coalescence orientée. Dans une première partie, nous recenserons les modèles théoriques publiés dans la littérature. Une relation expérimentale entre modes de coalescence et écart paramétrique sera établie et comparée aux prévisions des modèles.

Dans une deuxième partie, nous choisirons deux alliages particuliers, de composition proche : l'alliage 221, qui possède une excellente résistance au fluage à haute température et correspond à la définition du brevet cité plus haut, et l'alliage 211, dont les caractéristiques mécaniques sont plus faibles. Dans ces deux alliages, l'exposition au fluage en tension de monocristaux [001] à 1050°C se traduit par la formation de plaquettes γ et γ' perpendiculaires à la contrainte. Nous ferons dans un premier temps une description qualitative des changements morphologiques de la microstructure intervenant au cours du fluage. Dans un deuxième temps nous évaluerons ces changements de manière quantitative à l'aide de l'analyse d'images. Nous chercherons à relier les divers stades de fluage à des paramètres morphologiques et à différencier les microstructures des deux alliages.

Au chapitre V seront étudiées les structures de dislocations présentes dans l'alliage 221 à différents stades du fluage à 1050°C. Nous tenterons de comprendre les mécanismes contrôlant la vitesse de déformation aux différents stades du fluage, en considérant simultanément les structures de dislocations et les morphologies des phases γ et γ' . Nous serons ainsi en mesure de proposer une interprétation de la relation expérimentale observée entre la résistance au fluage à 1050°C et des paramètres physiques simples tels que l'écart paramétrique et la fraction volumique de phase γ' . Des considérations complémentaires telles que la stabilité structurale et l'aptitude aux traitements de revenu à haute température nous amèneront à proposer pour ces paramètres physiques des fourchettes permettant d'optimiser les propriétés en fluage à 1050°C.

CHAPITRE II

CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES DES ALLIAGES ETUDIES

II-A. COMPOSITION DES ALLIAGES ETUDIES

II-A.1. CHOIX DES ALLIAGES

Afin de permettre l'observation et la compréhension des phénomènes de coalescence orientée dans les alliages biphasés γ - γ' au cours du fluage à haute température, une dizaine d'alliages ont été retenus pour cette étude :

- un premier groupe comprend des compositions mises au point et caractérisées au Centre des Matériaux de l'ENSMP dans le cadre du "Programme de Développement de Nouveaux matériaux" (PDNM), créé à la demande et sous l'impulsion de la SNECMA. Ont été sélectionnés trois alliages à propriétés élevées en fluage (221, AM1 (210) et 210-Nb) entrant dans la définition du brevet pris en copropriété entre la SNECMA, l'ONERA et ARMINES sur une composition d'alliage pour aubes monocristallines (8). Deux alliages (020 et 211) dont les compositions sont extérieures aux fourchettes fixées par le brevet ont également été retenus pour illustrer le cas de compositions voisines mais dont les propriétés mécaniques sont moins élevées.

- un deuxième groupe est composé d'alliages pour lesquels des travaux de recherche ont été publiés dans la littérature. Les alliages Mar-M 200 et U-700, datant des années 60 sont parmi les premiers à avoir été étudiés sous forme monocristalline et ont fait l'objet de nombreuses publications (5, 15-21). Les alliages NASAIR 100 (22) et CMSX-2 (23) sont apparus plus récemment et illustrent les progrès réalisés dans la tenue mécanique des matériaux base nickel depuis les débuts de la solidification monocristalline (1965). Le CMSX-2 a en outre fait l'objet de travaux au Centre des Matériaux (13, 14). L'alliage CMSX-2' est dérivé de ce dernier alliage et est étudié dans le cadre d'un Groupement Scientifique "Alliages monocristallins", notamment par Hazotte (24).

- Les derniers alliages considérés sont l'alliage 01 étudié par Carry et Strudel (25-28) au cours d'une précédente recherche. Cet alliage présente en effet la particularité d'une microstructure évoluant différemment de celles

	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Autres
020	8	10	-	5	5	2	-	7	
211	8	7	2	5	5	0,9	1	8	
221	8	7	2	5	5	1,8	1	8	
AM1	6,5	7,5	2	5,5	5,3	1,2	-	8	
210-Nb	6,5	7,5	2	5,5	5,2	1,2	1	7	
U-700 (19)	15	14,5	4,3	-	4,1	3,4	-	-	0,05 C 0,015 B
Mar M 200 (5)	10	9	-	12,5	5	2	1	-	0,15 C 0,015 B 0,05 Zr
NASAIR 100 (22)	-	9	1	10,5	5,75	1,2	-	3,3	
CMSX-2 (23)	5	8	0,5	8	5,5	1	-	6	
CMSX-2' (24)	5,2	7,4	0,5	7,3	5,3	0,2	-	7	
01 (26)	-	6	2	-	5	-	-	7	
01 + Al	-	6	2	-	6	-	-	7	

a) % poids

Σ% at

	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Al+Ti +Nb+Ta
020	8,0	11,4	-	1,60	10,94	2,47	-	2,29	15,69
211	8,2	8,2	1,26	1,64	11,22	1,14	0,65	2,68	15,69
221	8,2	8,1	1,26	1,64	11,19	2,27	0,65	2,67	16,79
210	6,6	8,7	1,26	1,80	11,83	1,51	-	2,67	16,0
210-Nb	6,6	8,7	1,25	1,80	11,58	1,51	0,65	2,33	16,06
U-700	14,1	15,5	2,49	-	8,44	3,94	-	-	12,38
Mar M 200	10,1	10,3	-	4,05	11,04	2,49	0,64	-	14,17
NASAIR 100	-	10,3	0,62	3,4	12,71	1,49	-	1,09	15,3
CMSX-2	5,1	9,2	0,31	2,60	12,21	1,25	-	1,99	15,45
CMSX-2'	5,4	8,6	0,32	2,40	11,91	0,25	-	2,58	14,75
01	-	6,7	1,21	-	10,76	-	-	2,25	13,01
01 + Al	-	6,6	1,20	-	12,76	-	-	2,22	14,98

b) % atomique

TABLEAU II-1 : Composition nominale des alliages étudiés

des alliages cités plus haut lors du fluage à haute température. Une version modifiée de cet alliage, O1 + Al, comportant une teneur plus élevée en Al, a également été retenue. Les compositions pondérales et atomiques de ces alliages sont illustrées au tableau II-1.

Dans ce chapitre, nous nous efforcerons de donner des informations sur les caractéristiques physiques, microstructurales et mécaniques afin de présenter les matériaux étudiés et de permettre l'interprétation des résultats de mesure de fraction volumique de phase γ' , de l'écart paramétrique, de coalescence orientée et d'observation des modes de déformation en fluage à haute température présentés aux chapitres suivants.

II-A.2. LES ELEMENTS D'ALLIAGE

1) ELEMENTS MODIFICATEURS DES JOINTS DE GRAIN

Dans les alliages base nickel polycristallins destinés à des applications à haute température, certains éléments ont pour effet de renforcer les joints de grain. Ce n'est pas notre propos de passer en revue tous les éléments qui peuvent être introduits, parmi lesquels figurent notamment C, B, Zr, Hf, ni les mécanismes par lesquels ils agissent sur les joints, puisque cette étude a porté sur des matériaux sans joints de grain.

La plupart des éléments modificateurs des joints ont des effets défavorables sur les propriétés des monocristaux : le Zirconium (29), le Hafnium et le Bore (6) abaissent le point de fusion, réduisant ainsi les possibilités de traitements thermiques optimisant les propriétés mécaniques. Le carbone conduit à la formation de carbures dont certains sont riches en Ti ou en W. Il s'ensuit un abaissement des teneurs de ces éléments durcissants dans l'alliage (30). La présence de carbures a également un effet néfaste sur les propriétés en fatigue oligocyclique de monocristaux base nickel (29).

Ainsi, dans les alliages récents, les teneurs en ces éléments sont strictement contrôlées. Pour le CMSX-2 par exemple, les spécifications de l'élaborateur Cannon-Muskegon imposent des teneurs inférieures à 60, 100 et 30 ppm en poids pour C, Zr et B respectivement (23).

Des alliages anciens tels que U-700 ou Mar M 200, qui n'avaient pas à l'origine été mis au point pour des applications monocristallines contiennent cependant encore des quantités nettement plus élevées de Carbone, Bore et Zirconium (voir tableau II-1).

2) PARTITION DES ELEMENTS MAJEURS ENTRE γ ET γ'

Comme le montre le tableau II-1, les éléments d'alliage majeurs susceptibles d'être présents dans les matériaux étudiés sont au nombre de 8 (Co, Cr, Mo, W, Al, Ti, Nb et Ta).

D'après les travaux de Kriege et Baris (31), les éléments que l'on trouve essentiellement dans la phase γ sont le Cobalt, le Chrome et le Molybdène. L'aluminium, le Titane, le Niobium et le Tantale se concentrent surtout dans γ' . Le Tungstène, pour sa part, se retrouve à des teneurs voisines dans les deux phases.

3) ROLE DES ELEMENTS D'ALLIAGE

Il existe des phénomènes de synergie complexes entre les éléments d'alliage. Il n'est par exemple pas possible de déterminer indépendamment pour chaque constituant une fourchette de teneurs afin de satisfaire un critère de fraction volumique de phase γ' , de stabilité structurale, de propriétés mécaniques ou de densité.

Ces phénomènes de synergie ont été étudiés dans le cadre de contrats de recherche DRET/ARMINES (9, 10, 12) et SNECMA/ARMINES (11) mais ne seront pas abordés ici. Nous nous bornerons à une description schématique de la fonction première des éléments d'alliage présents. Une idée des quantités possibles des constituants envisagés peut être donnée par le tableau II-1.

L'aluminium a essentiellement deux rôles. D'une part, sa présence en quantité suffisante favorise la tenue à l'oxydation à haute température par la formation en surface d'une couche continue protectrice d'alumine. D'autre part, il a un rôle durcissant comme constituant de la phase γ' , dont il assure la stabilité de la structure cubique $L1_2$.

Les autres éléments fortement γ' -gènes, Ti, Nb et Ta durcissent la phase γ' par rapport à Ni_3Al pure et conduisent à une plus grande stabilité thermique de cette phase dans la gamme de températures 760°C-1100°C de fonctionnement des aubes mobiles. En effet leur présence réduit la proportion de phase γ' se remettant en solution entre \approx 800°C et 1100°C.

Les éléments Mo et W apportent un durcissement de solution solide, essentiellement dans γ pour Mo, et dans les deux phases pour W.

Le chrome est l'élément qui ségrège le plus fortement vers la phase γ . Son rôle est essentiellement d'apporter une protection contre l'oxydation et la corrosion par la formation en surface d'oxydes de chrome.

La fonction du cobalt est relativement complexe. Élément très proche du nickel, il n'intervient directement que peu comme élément durcissant ou comme constituant de la phase γ' . Sa présence peut cependant diminuer la solubilité dans γ d'éléments γ' -gènes, notamment Al (32). Il s'ensuit une augmentation de $f_{\gamma'}^{\gamma}$ aux températures plutôt basses (800-900°C), plus marquée pour les alliages à teneur modérée en phase γ' (< 50%). La température de solvus γ' augmente pour les matériaux à faible $f_{\gamma'}^{\gamma}$, et baisse pour les alliages plus chargés en γ' (32).

II-A.3. DENSITE DES ALLIAGES

Des mesures de densité à 20°C ont été effectuées sur les alliages 020, 211 et 221 à l'aide de pesées d'échantillons immergés dans l'eau ou dans l'air. Par ailleurs, une méthode de calcul mise au point par Hull (33) a été utilisée pour tous les matériaux de l'étude. Cette méthode est basée sur une loi de mélanges à partir des densités des corps purs correspondant aux éléments d'alliage et de termes correctifs du premier et deuxième degrés.

Comme le montre le tableau II-2, les prévisions sont remarquablement proches (< 0,35%) des mesures effectuées pour le Mar M 200 (34) et le CMSX-2 (30). Les densités varient entre 8 et 8,7 , celles des alliages les plus récents (211, 221, CMSX-2) étant de l'ordre de 8,6.

ALLIAGE	Densité mesurée 10^3 kg/m^3	Densité estimée d'après la méthode de Hull (33)
020	8,49	8,49
211	8,65	8,66
221	8,64	8,63
AM1		8,63
210-Nb		8,60
U-700		8,05
Mar M 200	8,53 (34)	8,54
NASAIR 100		8,56
CMSX-2	8,62 (30)	8,59
CMSX-2'		8,70
01		8,45
01 + Al		8,32

TABLEAU II-2 : Densités mesurées et estimées des alliages étudiés

II-B. MICROSTRUCTURE DES ALLIAGES

II-B.1. TEMPERATURES DE TRANSFORMATION

Le tableau II-3 regroupe les mesures de températures de solvus γ' , de fusion commençante et de liquidus, effectuées par Analyse Thermique Différentielle (ATD) ou par observation métallographique d'échantillons traités.

Il est à remarquer que les températures de fusion commençante des alliages récents, de l'ordre de 1300°C, sont sensiblement plus élevées que celles de l'U-700 et du Mar M 200. Cette différence tient en partie à la suppression du Bore et du Zirconium, et en partie à des teneurs plus faibles en Ti + Nb, éléments qui diminuent les températures de solidus.

L'intervalle de température séparant le solvus γ' du solidus, dans lequel les précipités γ' peuvent être redissous sans brûlures, va d'une trentaine de degrés pour le CMSX-2 à un intervalle quasi-inexistant pour le 221. Il importe donc de contrôler précisément la température de traitement de remise en solution.

II-B.2. FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE γ'

1) METHODES DE MESURE

A notre connaissance, il existe essentiellement deux types de techniques permettant d'estimer la fraction volumique de phase γ' d'un alliage.

La première est l'extraction des précipités γ' par dissolution électrolytique de la matrice γ . Cette méthode classique a été mise au point il y a une vingtaine d'années par Kriege et Baris (35). Si son utilisation pour des mesures de fraction volumique à relativement basse température (800-900°C) semble justifiée, il n'est pas certain qu'elle soit adaptée à des estimations

de fraction volumique à des températures plus élevées. En effet la micro-structure typique d'un alliage base nickel fortement chargé en éléments γ' -gènes refroidi rapidement d'une température de 1050-1150°C jusqu'à l'ambiante comprend de gros précipités ($\approx 0,5 \mu\text{m}$) formés à cette température et de fins précipités, de l'ordre de la dizaine de nanomètres formés pendant le refroidissement.

Le deuxième type de méthode est l'exploitation quantitative d'observations métallographiques. Nathal et Ebert (36) ont par exemple obtenu des estimations de fraction volumique dans le NASAIR 100 à partir de clichés MEB de surfaces d'échantillons flués. Jackson et Coll. (37) ont pour leur part utilisé l'observation en MET de répliques.

Pour quelques alliages de l'étude, nous avons quant à nous exploité sur analyseur d'image des clichés pris en MET avec tache de surstructure $\langle 300 \rangle$ sur des lames minces orientées avec un axe de zone $\langle 001 \rangle$. Cette méthode est décrite en annexe III.

2) MESURES DE FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE γ'

Des mesures des fractions volumiques de phase γ' des alliages Mar M 200, CMSX-2, 211 et 221 à 1050°C ainsi qu'à 1150°C pour ce dernier ont été effectuées. Elles sont indiquées au tableau II-4 où sont également rassemblés des résultats de la littérature pour le Mar M 200 (35), le NASAIR 100 (36,38), le CMSX-2 (39) ainsi que l'alliage 01 (26).

Ces mesures sont également reportées à la figure II-1. Malgré les différences entre les techniques de mesures utilisées, les courbes de $f_v^{\gamma'}$ en fonction de la température que l'on peut tracer ont des formes comparables, ce qui semble indiquer que ces techniques ne donnent pas d'erreurs systématiques importantes. Une exception est cependant à noter pour la mesure par Carry de la fraction volumique de γ' dans l'alliage 01 à 850°C (26). Même en supposant que la totalité des additions de Al et Ta entre dans la phase γ' $\text{Ni}_3(\text{Al,Ta})$, l'on n'obtiendrait que 52% de phase γ' au lieu des 61% annoncés par Carry. Ce désaccord provient probablement du traitement thermique utilisé par cet auteur, traitement établissant des précipités γ' trop petits pour qu'une

ALLIAGE	Température (°C)	Fraction volumique de phase γ' (%)
211	1050°C	63%
221	1050°C	68%
	1150°C	55%
U-700	980°C	35% (35)
	1050°C	25% (extrapolé d'après(36))
Mar M 200	870°C	56% (35)
	1050°C	49%
NASAIR 100	870°C	68% (38)
	1050°C	54% (extrapolé d'après(36))
CMSX-2	870°C	68% (39)
	1050°C	62,5%
01	850°C	61% (26)
	950°C	38% (26)

TABLEAU II-4 : Mesures de fraction volumique de phase γ'
à différentes températures

relation simple existe entre $f_v^{\gamma'}$ et les précipités contenus dans l'épaisseur d'une lame mince. Une fraction de l'ordre de 45 à 50% à basse température semble plus raisonnable pour cet alliage (annexe IV).

Dans les alliages étudiés, les fractions volumiques de phase γ' demeurent constantes jusque vers 800-900°C, avant de décroître pour s'annuler à la température de solvus de la phase γ' .

Cette décroissance est la plus lente pour les alliages les plus riches en phase γ' . L'alliage 221 contient par exemple toujours plus de 50% de phase γ' à 1150°C.

Vu que la mesure de fraction volumique de phase γ' à des températures de l'ordre de 1050°C représente un travail important, nous avons, plutôt que d'effectuer des mesures directes sur tous les alliages de l'étude, tenté de corréler les valeurs de $f_v^{\gamma'}$ à 1050°C à la composition des alliages.

Comme indiqué en II-A.2, les éléments les plus γ' -gènes sont Al, Ti, Nb et Ta. Du fait que la phase γ' est de type Ni_3Al , ce sont les teneurs atomiques qui doivent être considérées. Ainsi que le montre la figure II-2, il existe une bonne corrélation entre le paramètre $\Sigma \text{at \% (Al + Ti + Nb + Ta)}$ et les fractions volumiques de phase γ' mesurées à 1050°C.

Il semble donc raisonnable de prévoir des fractions de l'ordre de 65% pour l'AM1 (210) et le 210-Nb, de l'ordre de 60% pour le 020, à cette température.

Les alliages 01 et 01 + Al offrent probablement une moins bonne corrélation. Dans ces alliages la proportion d'Al parmi les éléments γ' -gènes est plus forte. Comme la solubilité à haute température de l'aluminium dans la phase γ est plus élevée que celle des autres éléments γ' -gènes, on peut prévoir que le paramètre $\Sigma \text{at \% (Al + Ti + Nb + Ta)}$ conduise à une surestimation de $f_v^{\gamma'}$ à 1050°C. Pour ces deux alliages, des estimations de $f_v^{\gamma'}$ par une autre méthode seront présentées en annexe IV. Elles conduisent à des valeurs de $\approx 20\%$ et $\approx 38\%$ pour respectivement l'alliage 01 et l'alliage 01 + Al.

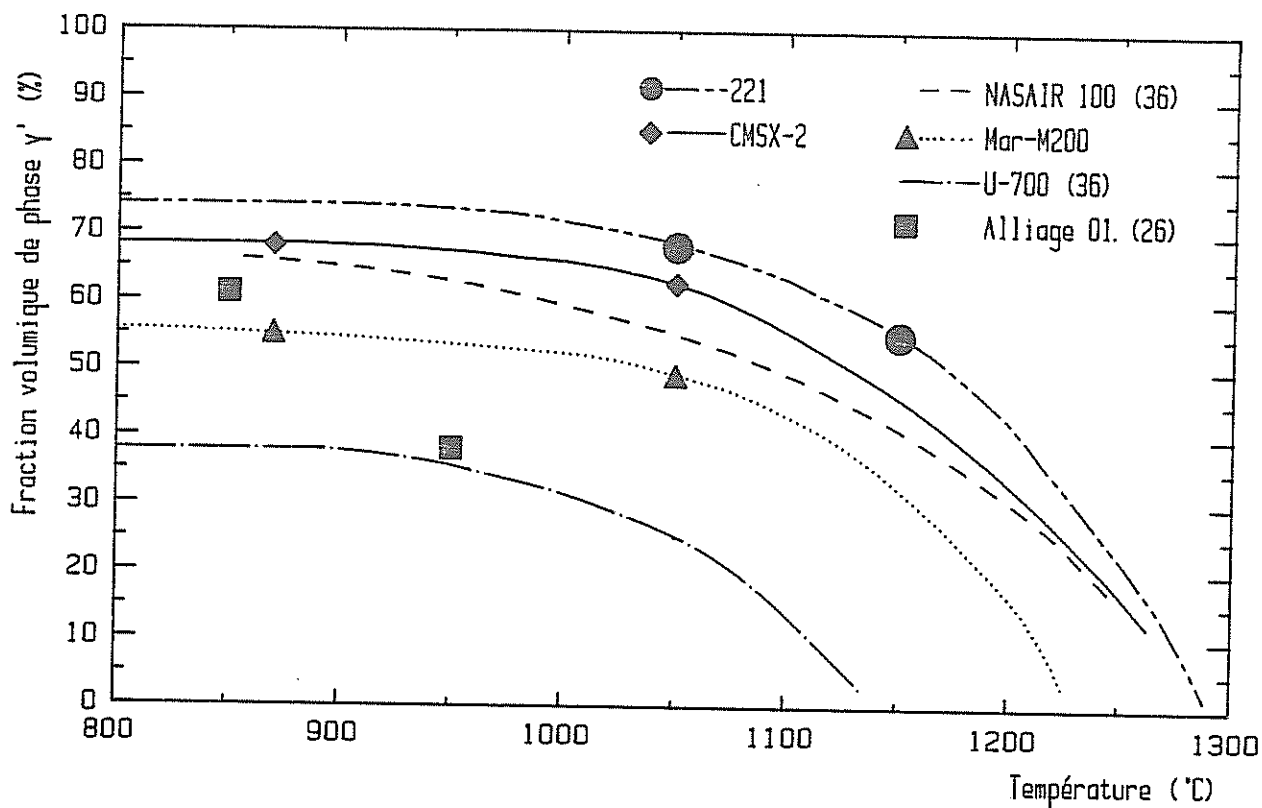


Figure II-1 : Evolution des fractions volumiques de phase γ' en fonction de la température.

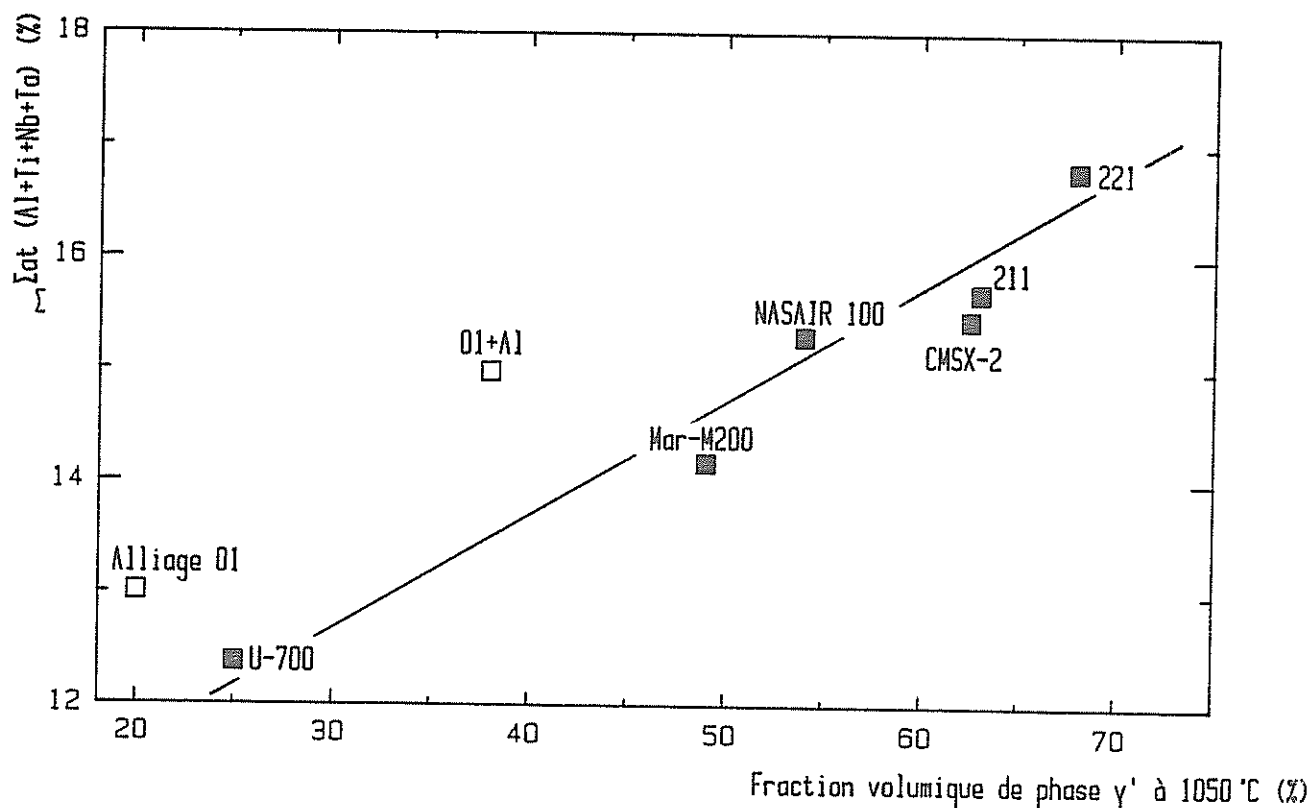


Figure II-2 : Corrélation entre $f_v \gamma'$ à 1050 °C et le paramètre $\Sigma_{at} (Al+Ti+Nb+Ta)$.

II-B.3. EFFETS MICROSTRUCTURAUX DES TRAITEMENTS THERMIQUES

1) STRUCTURE BRUTE DE SOLIDIFICATION

Dans les conditions de solidification utilisées, les monocristaux [001] présentent une structure dendritique dont les axes primaires sont distants de 250 à 300 μm . Les bras secondaires sont allongés dans les directions $\langle 100 \rangle$ de croissance privilégiée.

Les microstructures des différents alliages élaborés ressemblent à celle du CMSX-2 (fig. II-3). Les espaces interdendritiques contiennent des amas eutectiques $\gamma-\gamma'$ en quantités variables d'une dimension maximale d'environ 100 μm . Les alliages les plus chargés en éléments γ' -gènes tels que le 221 en contiennent les fractions les plus importantes.

La précipitation de phase γ' secondaire est plus grossière dans les espaces interdendritiques où la taille des précipités peut atteindre 2 μm .

2) EFFETS DU TRAITEMENT DE REMISE EN SOLUTION DE LA PHASE γ'

Ce type de traitement peut être considéré comme ayant deux effets, qui ne sont cependant pas indépendants :

- remettre en solution la phase γ' (secondaire et primaire) lorsque la température où elle n'est plus stable est atteinte : ceci se produit alors très rapidement. Sur des monocristaux finement dendritiques de CMSX-2 dont les plages eutectiques atteignent environ 30 μm , Caron et Khan (39) observent que la remise en solution de précipités secondaires de $\approx 2 \mu\text{m}$ ne requiert que quelques minutes.

- réduire les hétérogénéités de composition liées à la structure dendritique. Toujours pour le CMSX-2, la remise en solution des précipités secondaires à coeur de dendrite a déjà commencé à 1260°C (13) alors que les précipités interdendritiques ne se dissolvent que vers 1290-1300°C (14).

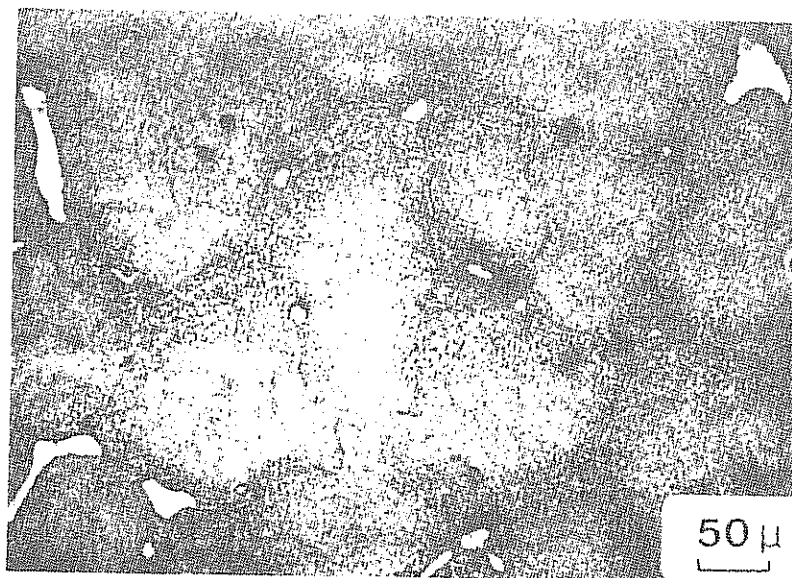


Figure II-3 : Alliage CMSX-2, structure brute de solidification (G 100 °C/cm, v=6cm/h).

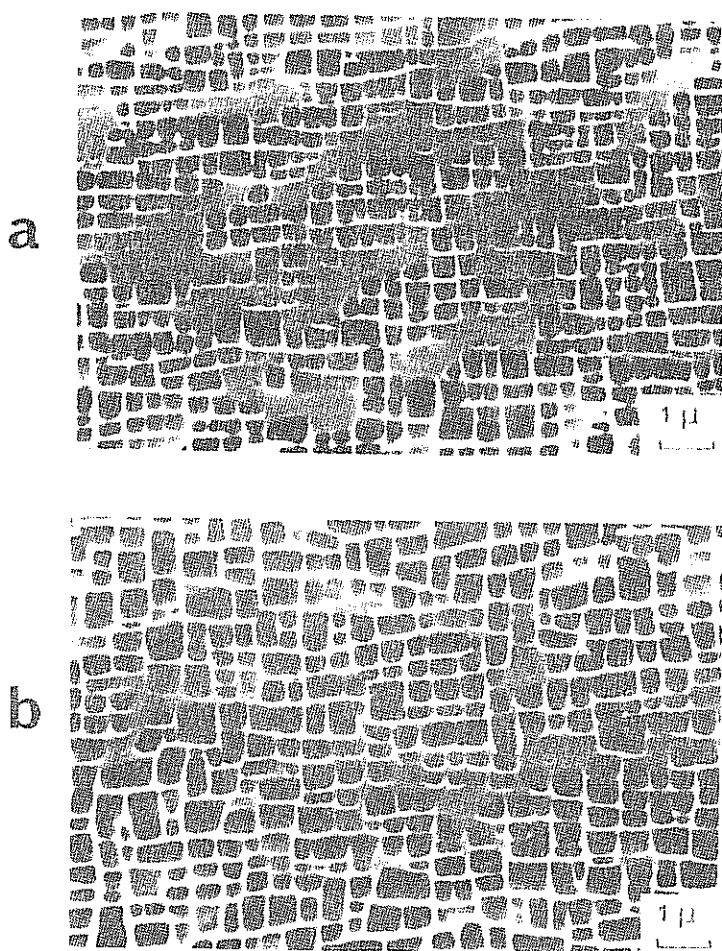


Figure II-4 : Alliage CMSX-2, traité 1315 °C, 3h trempe air + 1050 °C, 16h t.a.
 a) coeur de dendrite
 b) espace interdendritique.

Un monocristal dendritique peut ainsi être représenté schématiquement comme un matériau composite ayant deux températures de solvus extrêmes, la plus élevée pouvant égaler la température de fusion commençante. L'écart entre les deux températures de solvus dépend du taux de ségrégation, et par conséquent de la composition ainsi que du gradient thermique du four d'élaboration. Le solvus du matériau homogène se situe à une température intermédiaire. Un traitement à une température intermédiaire entre le solvus moyen et celui des espaces interdendritiques permettra ainsi une remise en solution totale des précipités si sa durée est assez longue pour faire évoluer, par diffusion des éléments ségrégés, la température de solvus interdendritique.

Par exemple, sur l'alliage 221 dont la fenêtre de remise en solution est très réduite, un maintien de 2 h à 1290°C laisse persister des amas eutectiques alors qu'un traitement de 6 h permet une remise en solution quasi-totale.

Une homogénéisation complète des alliages n'est cependant que rarement envisagée car la redistribution des éléments lourds, Tungstène et éventuellement Tantale nécessiterait des temps de l'ordre de 16 heures et plus (40, 41).

3) TRAITEMENT DE PREMIER REVENU

a) Type de microstructure recherché

Diverses études de l'alliage CMSX-2 (13, 14, 39) montrent que les propriétés en fluage de cet alliage semblent optimisées par des traitements établissant, par coalescence des précipités de trempe, une population de précipités γ' cuboïdaux alignés selon les directions du cube, d'une taille moyenne de 0,4 à 0,5 μm (fig. II-4).

Les traitements de premier revenu envisagés dans cette étude ont été choisis afin d'aboutir à ce type de microstructure. Le domaine de températures envisageables s'étend environ de 1050°C à 1150°C pour des temps de traitement de 1 à 20 heures.

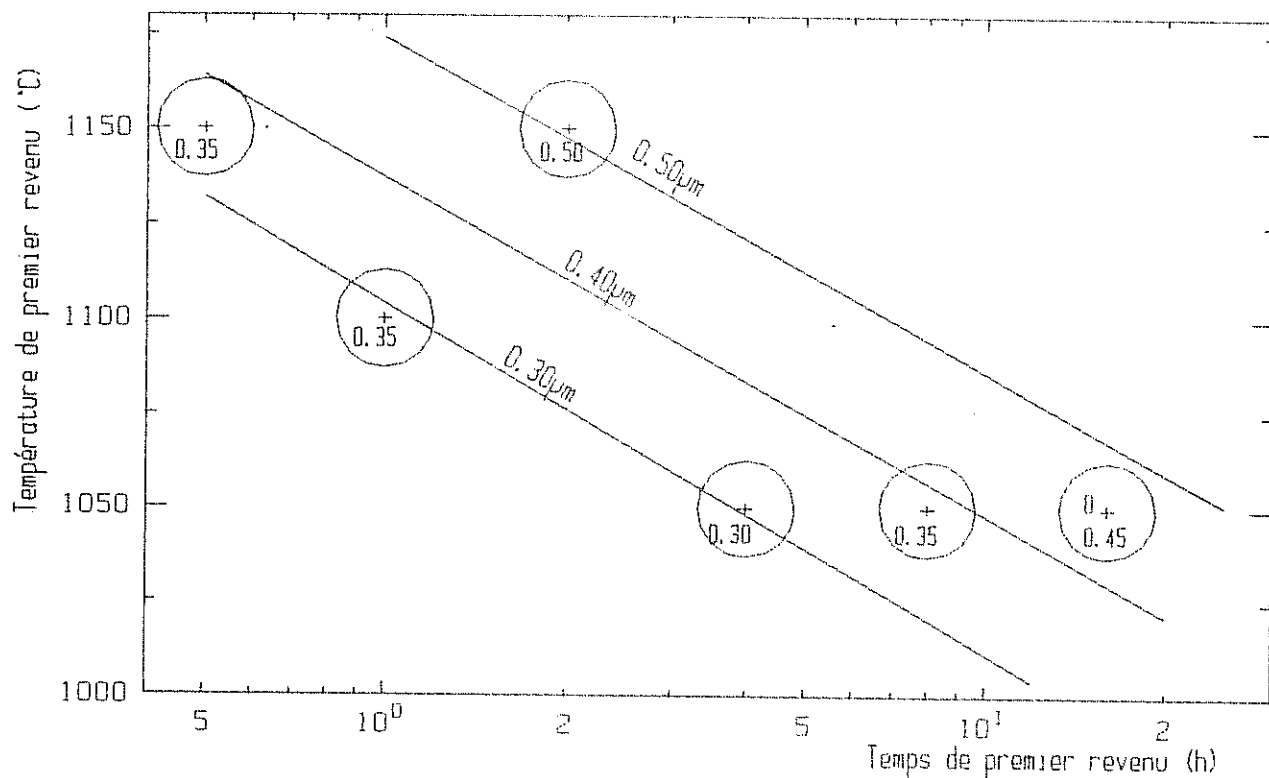


Figure II-5 : Courbes d'isotaille de précipités γ' dans un diagramme température/log (temps)
(Alliage CMSX-2 traité préalablement 1315 °C, 3h t.a.).

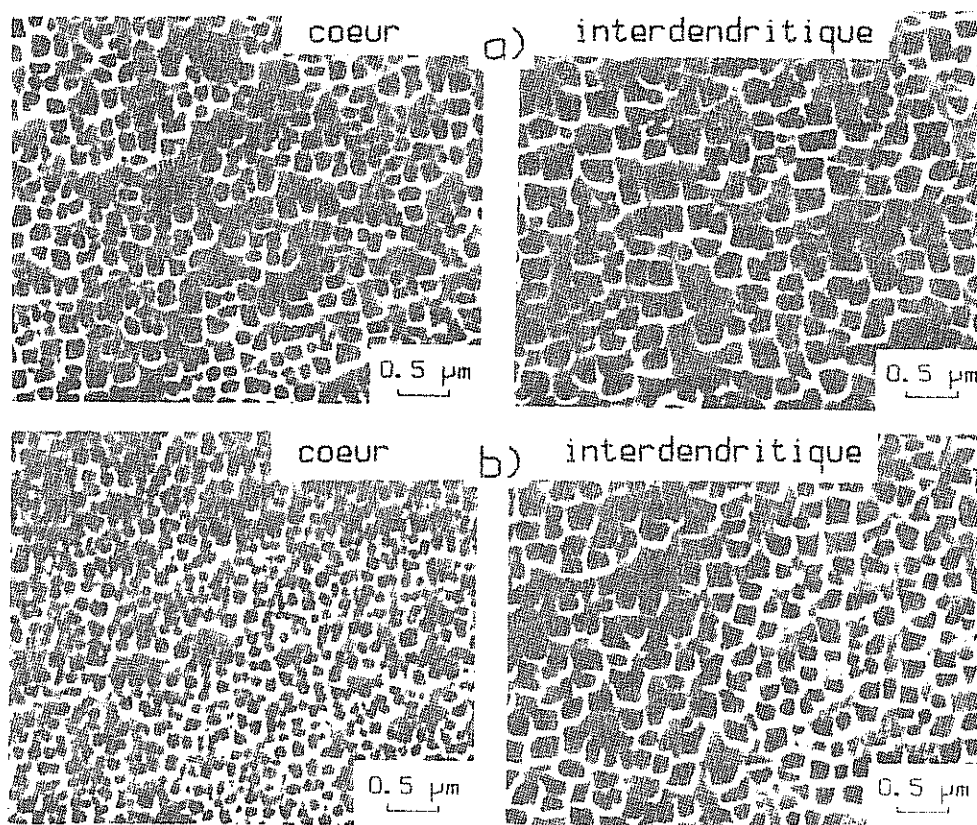


Figure II-6 : Taille des précipités γ' dans l'alliage 221 suivant
le mode de trempe après remise en solution 1290 °C, 6h
a) trempe air
b) trempe huile.

b) Diagramme d'équivalence temps-température donnant la taille des précipités γ'

Les tailles moyennes de précipités ont été mesurées après divers traitements thermiques appliqués à l'alliage CMSX-2.

Les résultats reportés dans une représentation $\log \bar{t}$ /température à la figure II-5 montrent que les courbes d'isotaille sont assez bien représentées par des droites. Cette observation confirme simplement le fait que la coalescence de γ' est un phénomène thermiquement activé. L'énergie d'activation mesurée est de l'ordre de 390 kJ/mole.

Les vitesses de coalescence peuvent cependant varier d'une composition à l'autre, i.e la position des droites est variable. Plusieurs études ont notamment montré que le cobalt réduisait la cinétique de coalescence de la phase γ' dans des compositions type CMSX-2 (42) ou NASAIR 100 (36).

c) Effet de la vitesse de refroidissement après remise en solution

La taille des précipités γ' qui se forment et coalescent au cours du refroidissement après remise en solution peut varier dans des proportions importantes. Elle peut atteindre $\approx 3 \mu\text{m}$ lors de refroidissements très lents ($0,2^\circ\text{C/s}$) (13) rendant impossible l'obtention de la microstructure décrite au paragraphe II-B.3a. Les vitesses minimales qu'il est nécessaire d'atteindre semblent être de l'ordre de 10°C/s (8).

La figure II-6 illustre les microstructures obtenues sur l'alliage 221 par des trempes à l'huile ($\approx 70^\circ\text{C/s}$) ou à l'air (10°C/s) d'échantillons de diamètre 10 mm. Ce dernier type de refroidissement conduit à une taille de précipités légèrement plus élevée, mais inférieure à $0,3 \mu\text{m}$. On note dans les deux cas que les tailles de précipité γ' sont $\approx 30\%$ plus faibles à coeur de dendrite que dans les espaces interdendritiques. De plus, les précipités plus fins, plus nombreux, obtenus par refroidissement à l'huile sont plus irrégulièrement répartis que dans le cas de la trempe à l'air, où un certain alignement des précipités selon les directions du cube est visible.

La figure II-7 illustre les microstructures résultant de l'application après remise en solution d'un premier revenu de 1150°C/1h. Il ne semble pas subsister de différence de taille moyenne entre les deux types de traitement, mais des différences persistent dans la perfection de l'alignement des précipités, moins grand après le refroidissement le plus rapide.

4) TRAITEMENT DE VIEILLISSEMENT

Il est généralement effectué aux alentours de 870°C dans les alliages à forte fraction volumique de phase γ' . Il conduit à un complément de précipitation de γ' et/ou à la coalescence des précipités de trempe après premier revenu.

Les différents types de structures envisageables sont illustrés à la figure II-8 : un refroidissement rapide à partir de 1150°C produit une fine précipitation (< 20 nm) dans les couloirs de matrice (fig. II-8a). Un traitement de vieillissement à 870°C conduit dans un premier temps (4h, fig II-8b, 16h, fig. II-8c) à un double mode de coalescence des fins précipités, i.e coalescence entre eux et absorption des fins par les gros cuboïdes. L'augmentation du temps de vieillissement aboutit à la disparition des fins précipités et à un début de coalescence entre eux des gros cuboïdes (64h, fig. II-8d).

Si le refroidissement après premier revenu est lent, on obtient une distribution unimodale de cuboïdes (fig II-8e).

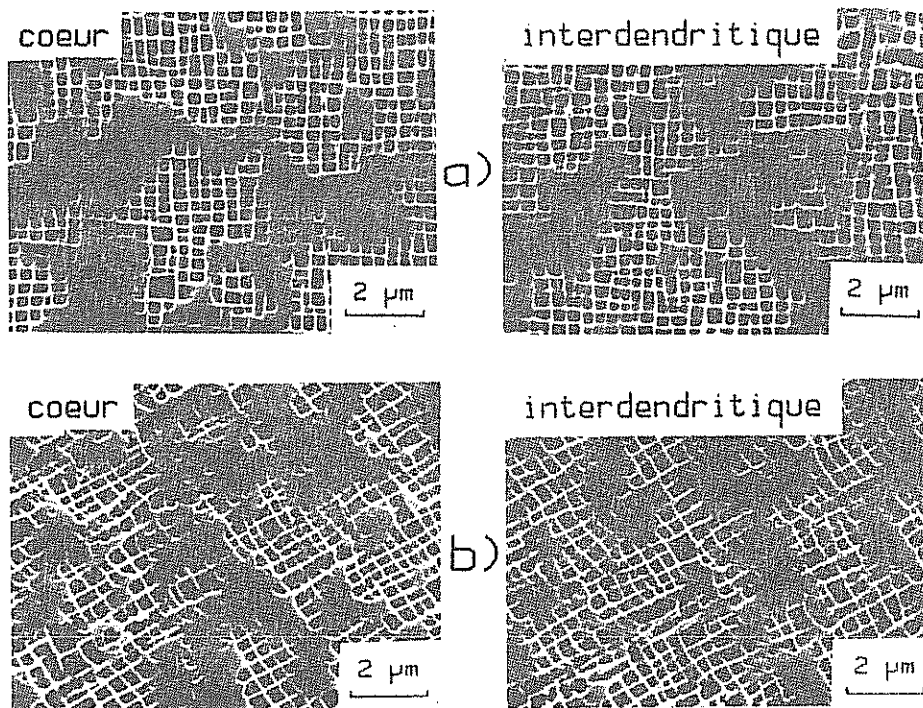


Figure II-7 : Alliage 221: effet de la vitesse de refroidissement après remise en solution sur la structure observée après premier revenu

- a) 1290 °C, 6h t.a. + 1150 °C, 1h t. .
- b) 1290 °C, 6h t.h. + 1150 °C, 1h t.h.

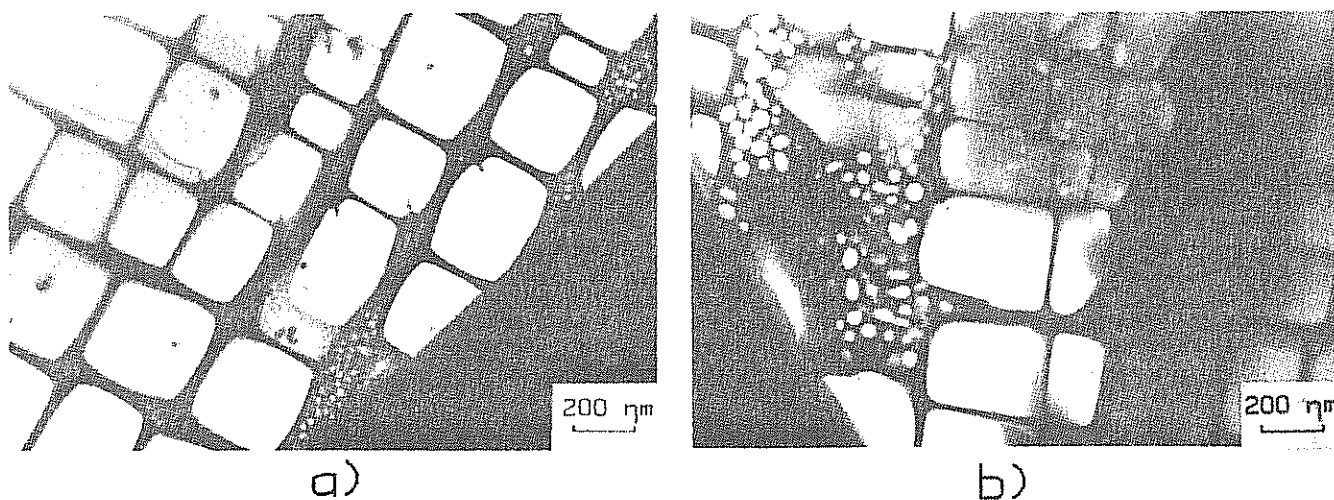


Figure II-8 : Microstructures observées dans le 221 après divers traitements:

- a) 1290 °C, 6h t.h. + 1150 °C, 1h t.h.
- b) 1290 °C, 6h t.h. + 1150 °C, 1h t.h. + 870 °C, 4h

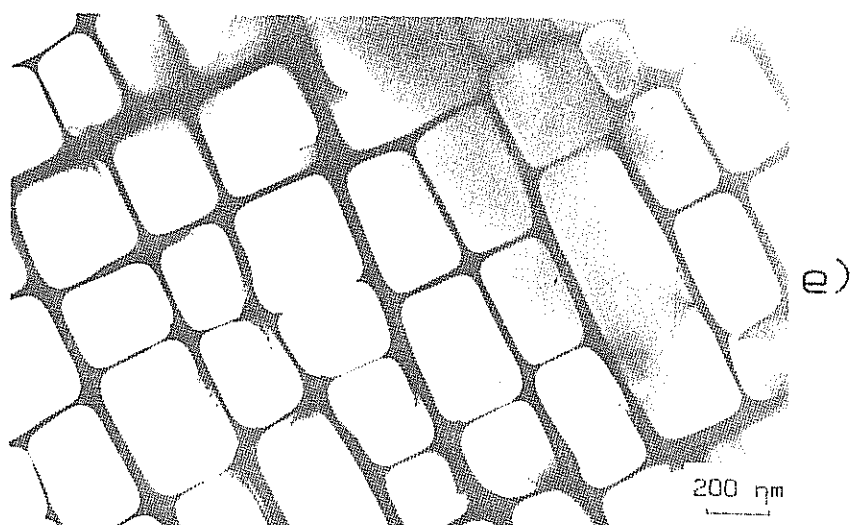
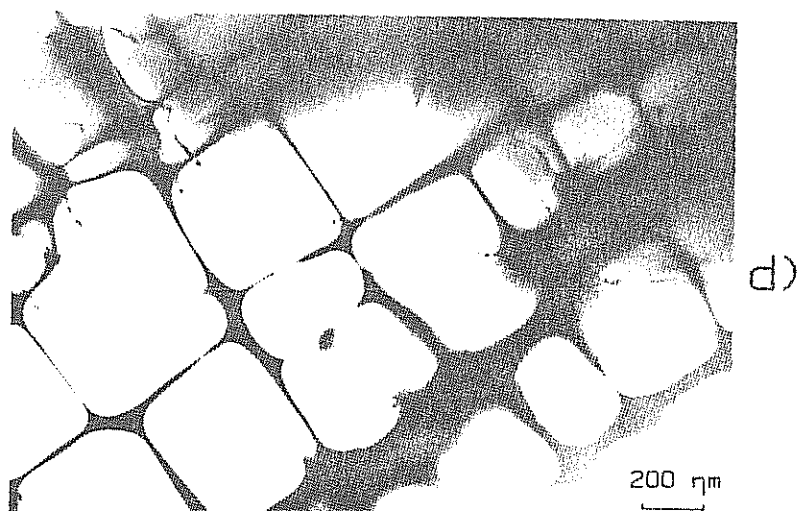
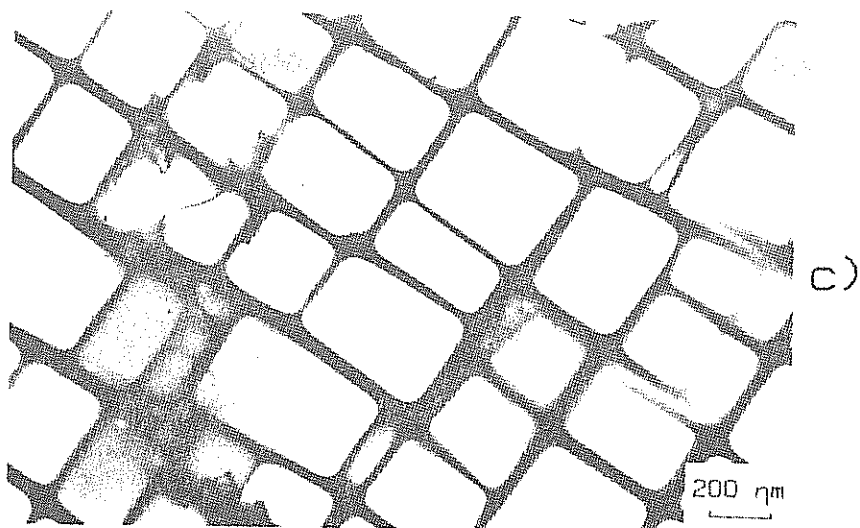


Figure II-8 : (suite)

c) 1290 °C, 6h t.h. + 1150 °C, 1h t.h. + 870 °C, 16h

d) 1290 °C, 6h t.h. + 1150 °C, 1h t.h. + 870 °C, 64h

e) 1290 °C, 6h t.h. + 1150 °C, 1h refr. four + 870 °C, 16h

II-C. COMPORTEMENT EN FLUAGE

II-C.1. EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES

Outre le gain de température d'entrée de turbine apporté par le passage de structures équiaxes à colonnaires puis monocristallines pour les aubes mobiles les plus sollicitées mécaniquement, une augmentation supplémentaire a pu être obtenue par l'emploi d'alliages développés spécifiquement pour une utilisation sous forme de monocristaux.

La suppression des éléments modificateurs des joints de grain a en effet permis d'augmenter les températures de fusion et ainsi d'augmenter les teneurs en éléments durcissants et γ' -gènes.

Parmi les alliages développés dans cet esprit, citons le NASAIR 100 et le CMSX-2 de Cannon Muskegon (22, 23), le PWA 1480 utilisé par Pratt et Whitney (6) et l'AM1 (210) retenu par la SNECMA (1).

Le gain en propriétés en fluage apporté par cette nouvelle classe d'alliages est illustré à la figure II-9 où sont comparées les propriétés en fluage rupture dans la gamme 760°C-1050°C des alliages Mar M 200 (43) et CMSX-2 (39, 44) dans une représentation de Larson-Miller. Les gains en température à contrainte égale vont d'une vingtaine de degrés pour une contrainte de 300 MPa à une cinquantaine de degrés aux températures élevées et basses contraintes.

II-C.2. EFFET DES TRAITEMENTS THERMIQUES

1) EFFET DU TRAITEMENT DE REMISE EN SOLUTION

L'effet du degré de remise en solution de la phase γ' (secondaire et primaire) sur les propriétés en fluage de l'alliage colonnaire DS 200 + Hf a été étudié par Jackson et al. (37). Ces auteurs montrent que la durée de vie en fluage augmente avec la proportion de phase γ' sous forme de fins précipités (fig. II-10).

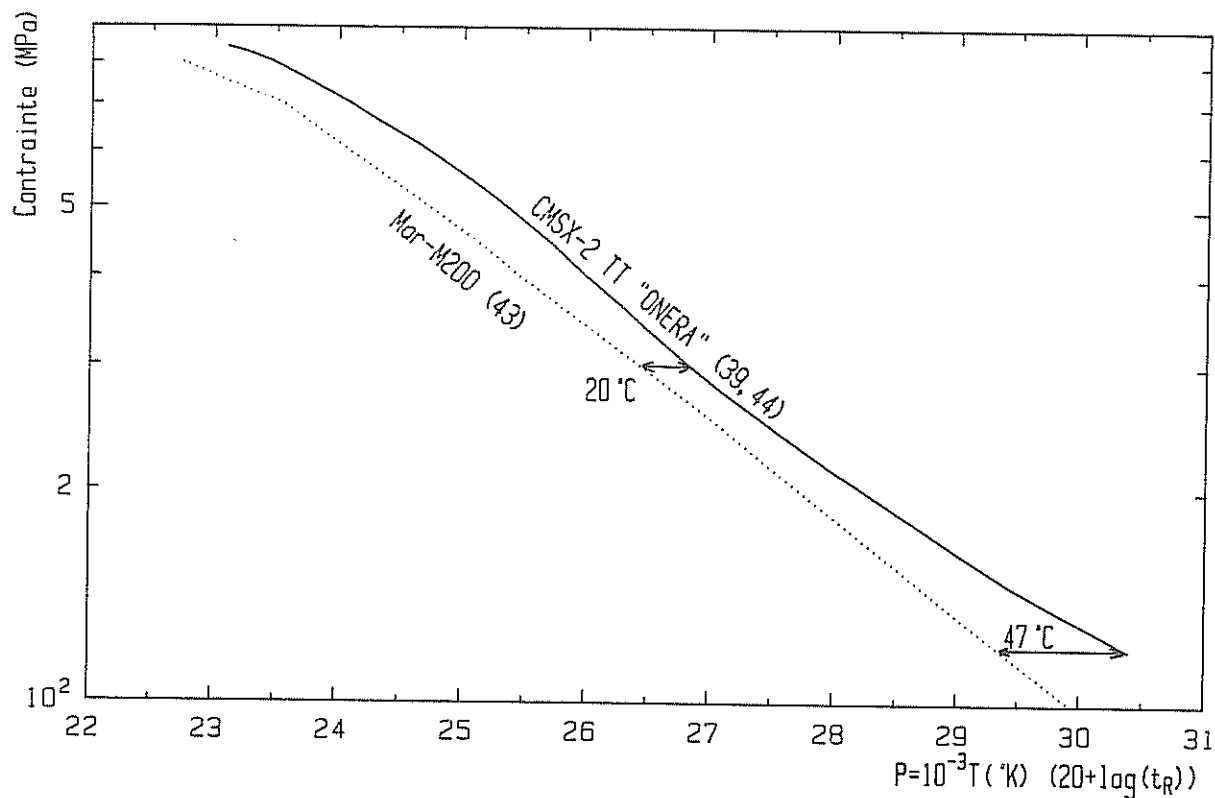


Figure II-9 : Propriétés en fluage des alliages Mar M200 et CMSX-2 dans la gamme de températures 760-1050 °C.

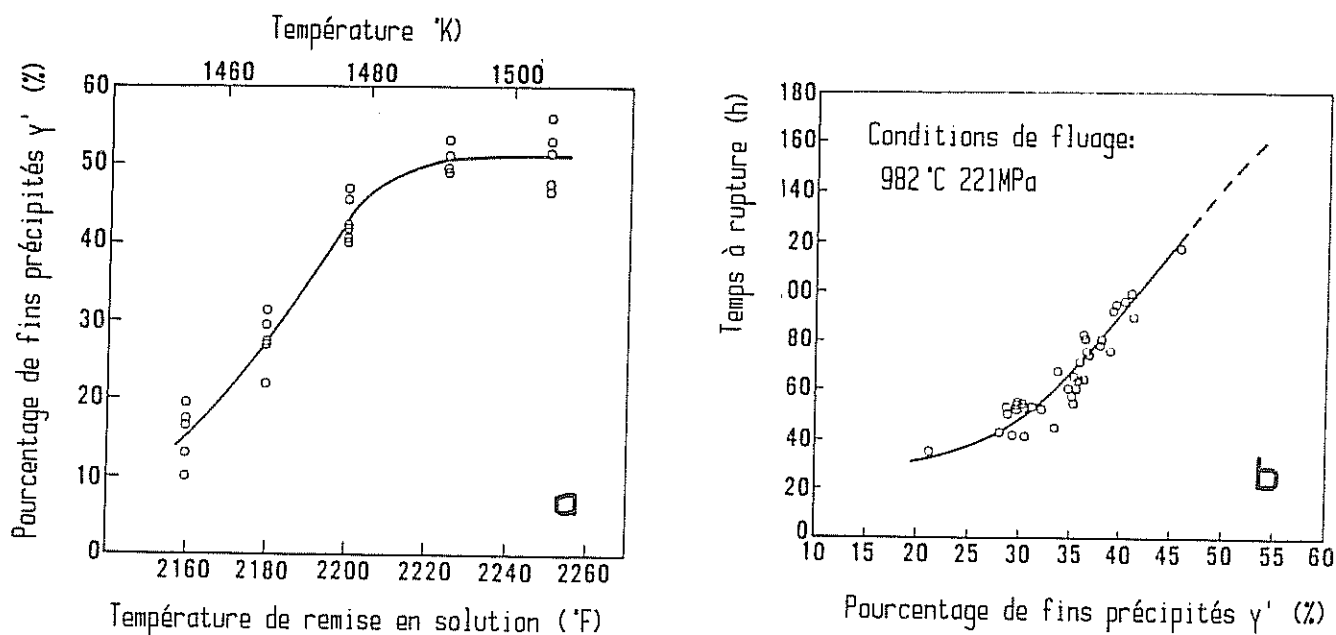


Figure II-10 : Corrélations établies par Jackson et coll. (37) pour l'alliage DS Mar-M200+Hf
a) effet de la température de remise en solution sur le pourcentage de fins précipités γ'
b) effet du pourcentage de fins précipités γ' sur la résistance au fluage à 982 °C.

La température de remise en solution doit donc être suffisamment élevée pour permettre la dissolution la plus complète possible des précipités γ' secondaires et primaires sans toutefois provoquer un début de fusion de l'alliage.

Nous avons observé un comportement analogue dans le cas du CMSX-2 (14) : l'application d'un traitement de remise en solution de 4h à 1280°C, laissant subsister des amas de γ' primaire ainsi que des précipités secondaires dans les espaces interdendritiques, ne permet pas d'atteindre dans tout le domaine de température 760°C-1050°C des propriétés en fluage équivalentes à celles obtenues avec le traitement mis au point par Caron et Khan (39), qui comprend une remise en solution totale de la phase γ' :

Le traitement TP1 (1280°C, 4h t.h. + 1150°C, $\frac{1}{2}$ h t.h. + 870°C, 16h) établissant une population de précipités γ' d'environ 0,3 μ m d'arête permet d'obtenir des propriétés équivalentes à celles du traitement de Caron et Khan à 850°C et 950°C mais en retrait à 760°C et 1050°C. Le traitement TP3 comprenant un premier revenu identique à celui préconisé par Caron et Khan aboutit à la situation inverse, i.e maintien des propriétés en fluage aux températures extrêmes et diminution aux températures intermédiaires (850°C-950°C).

2) EFFET DU PREMIER REVENU

Les aubes mobiles fonctionnent dans un milieu chimiquement agressif et sont sujettes à la fois à l'oxydation à haute température et à la corrosion.

Etant donné que la résistance intrinsèque des matériaux envisagés vis à vis de ces deux types d'agression n'est pas excellente, des traitements de protection de surface des aubes sont nécessaires. Ceux-ci requièrent des revenus à haute température dans un domaine s'étendant de 980°C à 1150°C pendant des temps ne dépassant pas une vingtaine d'heures. Les traitements de premier revenu que nous envisageons se situeront donc dans cette gamme de température et de temps.

Sur le CMSX-2, Caron et Khan (39, 45) ont comparé plusieurs traitements de premier revenu. Comme le montre la figure II-11, le traitement T2

(1050°C, 16h), qui établit une population de précipités γ' cuboïdaux d'environ 0,45 μm d'arête alignés selon les axes de cube, confère des propriétés en fluage rupture nettement supérieures à celles du traitement T1 (980°C, 5h), qui conduit à des précipités γ' de forme plus irrégulière et distribués de façon plus désordonnée, d'une taille moyenne d'environ 0,3 μm .

Envisageant enfin un troisième traitement (1150°C/3h) qui conduit à des précipités cuboïdaux d'environ 0,65 μm d'arête, ces auteurs estiment que les propriétés en fluage à haute température de cet alliage sont optimisées par un revenu établissant une population de précipités cuboïdaux d'environ 0,45 μm (fig. II-12), ce qui peut notamment être obtenu par les premiers revenus suivants : 1050°C/16h, 1100°C/4 à 5h, 1150°C/1,5h.

L'allure des courbes présentées à la figure II-12 peut cependant paraître trop schématique : nous avons caractérisé entre 760°C et 1050°C les propriétés en fluage conférées par un revenu de 1150°C/0,5h (TT) qui établit des précipités cuboïdaux d'environ 0,35 μm (voir fig. II-5).

Comme le montre le tableau II-5 où sont comparées ses propriétés à celles des traitements T1 et T2 de Caron et Khan, le seul paramètre taille moyenne des précipités ne suffit pas à décrire le comportement en fluage à haute température. A taille comparable, la forme des précipités intervient aussi :

- A 760°C sous 750 MPa, pour une taille de γ' intermédiaire entre celles des traitements T1 et T2, le revenu TT conduit à un temps pour 1% de déformation plus faible que T1 mais à un temps à rupture comparable à celui de T2.

- A 950°C, la figure II-12b prévoit une tenue moins bonne du traitement TT comparé au traitement T2 alors que l'on observe plutôt la situation inverse.

Pour l'alliage CMSX-2, les propriétés en fluage dans la gamme de températures 760°C-1050°C ne sont donc pas simplement une fonction monotone de la taille moyenne des précipités γ' . Si le revenu 1050°C, 16h (45) possède globalement les meilleurs propriétés, l'on sait peu de choses sur l'effet d'une faible différence de temps à température de traitement constante, ou sur celui de la température de revenu à taille de précipités constante.

Température (°C)	Contrainte (MPa)	"TT Cannon" (39) 1315°C, 3h ta + 980°C, 5h ta + 870°C, 16h			"TT ONERA" (45) 1315°C, 3h ta + 1050°C, 16h ta + 850°C, 18h			"TT" 1315°C, 3h ta + 1150°C, ½h th + 870°C, 16h		
		t _{1%} (h)	t _R (h)	A _R (%)	t _{1%} (h)	t _R (h)	A _R (%)	t _{1%} (h)	t _R (h)	A _R (%)
760	750	54	569	17	120	1138	22	28	1184	18
					134	1117	14			
850	500	38	198	22	140	450	16	70	412	17
					95	359	12			
950	240	102	255	29	142	370	25	154	421	28
		93	272	36	144	380	35			
1050	120	323	468	10	870	1055	15	473	574	8
		330	461	18	587	707	5			

TABLEAU II-5 : Propriétés en fluage conférées à l'alliage CMSX-2
par divers traitements de premier revenu

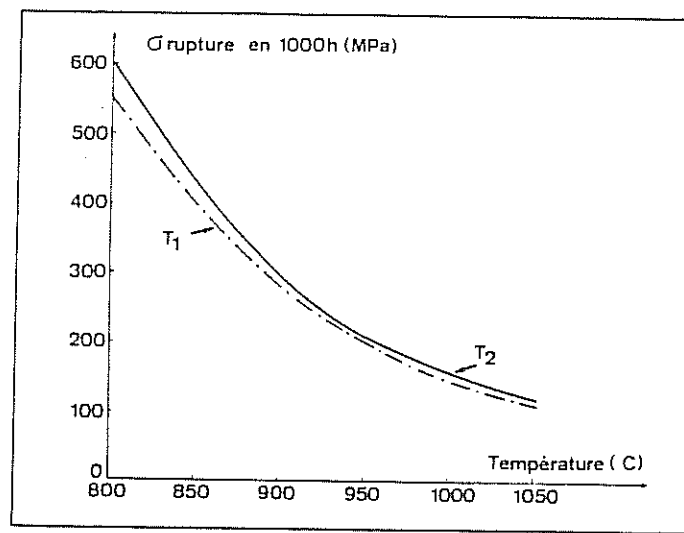


Figure II-11 : Effet du traitement thermique sur la résistance au fluage du CMSX-2 (45)
 (T1 : R. S. t. a. + 980 °C, 5h t. a. + 850 °C, 48h.)
 (T2 : R. S. t. a. + 1050 °C, 16h t. a. + 850 °C, 48h.)

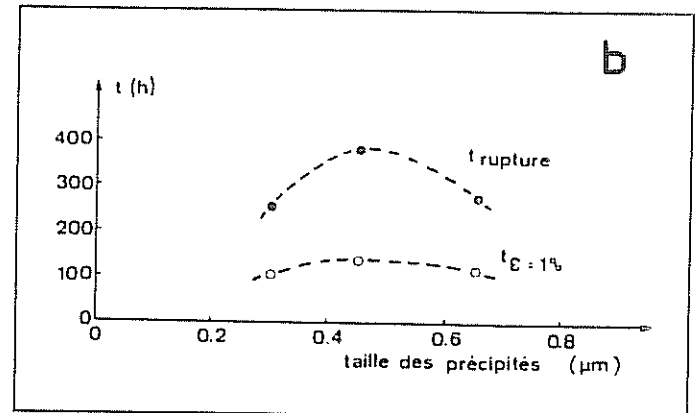
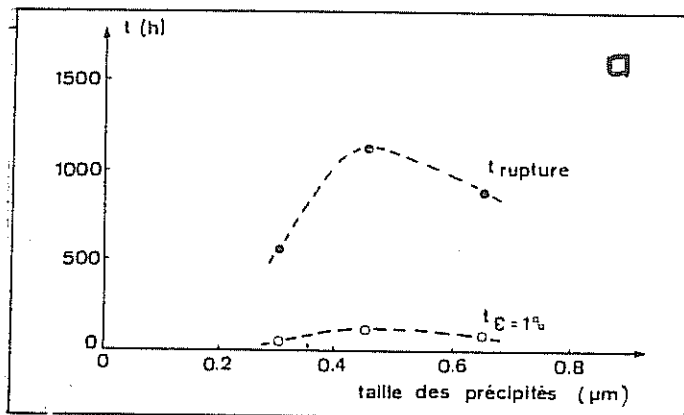


Figure II-12 : Influence de la taille des précipités γ' sur la durée de vie en fluage de monocristaux de CMSX-2, d'après (45). a) $T=760^\circ\text{C}$, $\sigma=750\text{MPa}$. b) $T=950^\circ\text{C}$, $\sigma=240\text{MPa}$.

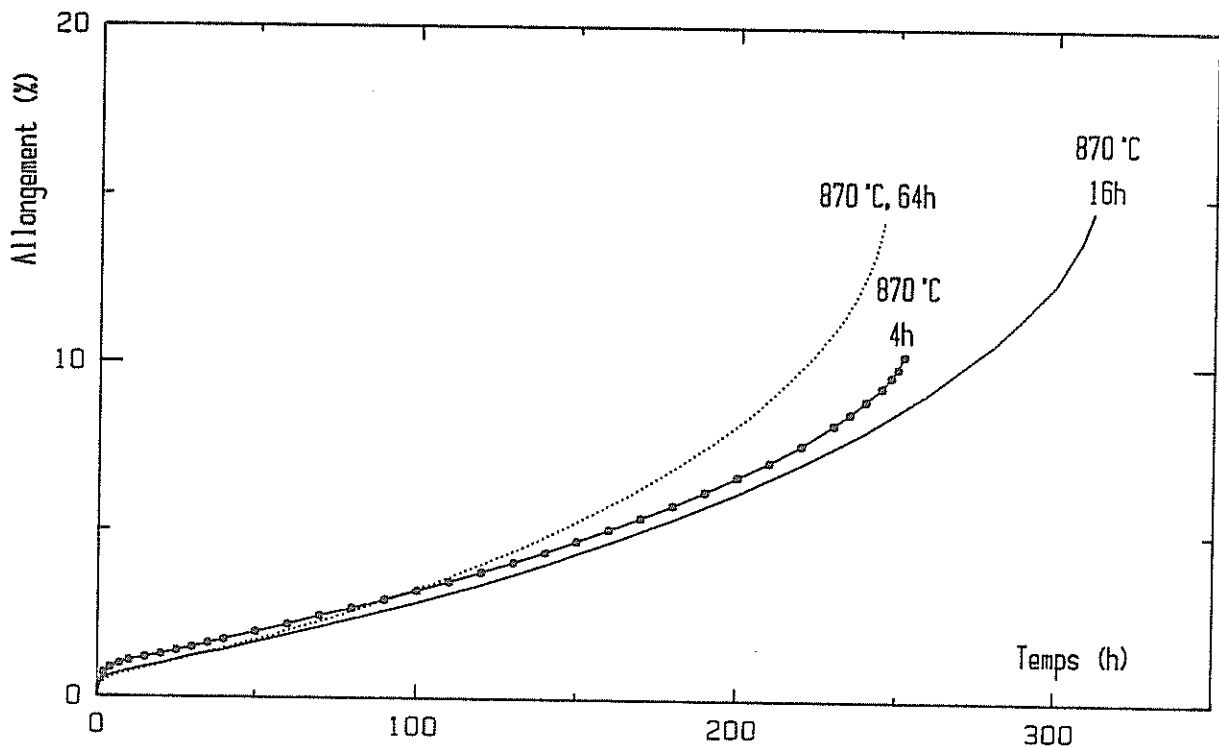


Figure II-13 : Effet du temps de vieillissement sur le comportement en fluage à 760°C sous 840MPa de l'AM1. Le traitement préalable est le suivant : 1300°C , 6h t. a. + 1150°C , 1h.

Par ailleurs, des précipités de 0,45 μm n'optimisent pas les propriétés de n'importe quel alliage monocristallin. Par exemple MacKay et Ebert (46) observent que la tenue en fluage d'un alliage Ni-Mo-Al-Ta à 982°C sous 234 MPa est fortement détériorée par l'application d'un premier revenu alors qu'elle semble optimisée par une simple remise en solution de la phase γ' suivie d'une trempe à l'huile (précipités γ' d'environ 0,2 μm).

Les relations entre composition et microstructure optimale pour le fluage aux plus hautes températures ($\approx 1050^\circ\text{C}$) seront discutées au chapitre V, et nous tenterons de justifier pour les alliages caractérisés dans cette étude l'utilisation de revenus établissant une population de précipités γ' de $\approx 0,3$ à 0,45 μm d'arête. Des études menées sur les alliages O20 (47), AM1 et 210-Nb (12) ainsi qu'une caractérisation des alliages 221 et PWA 1480 par la SNECMA (43) semblent en effet montrer que pour ces alliages, ce type de microstructure confère des propriétés en fluage à haute température optimales.

3) EFFET DU TRAITEMENT DE VIEILLISSEMENT

Pour le comportement en fluage à 1050°C qui nous intéresse tout particulièrement, l'effet de la durée du traitement de vieillissement à 870°C devrait être marginal. En effet, lorsqu'une structure stabilisée à 870°C est portée à une température de 1050°C, il se produit une redissolution d'une partie de la phase γ' . Les fins précipités résultant de maintiens de 4 ou 16h à 870°C (voir II-B.3.4) se dissoudront en premier, effaçant pour une grande part les différences de microstructure initiales.

L'effet le plus fort est attendu aux températures les plus basses dans le domaine (760°C). Comme le montrent les courbes de fluage présentées à la figure II-13 un temps de maintien de l'ordre de 16h à 870°C semble conférer la meilleure tenue au fluage à cette température.

II-C-3. PROPRIETES EN FLUAGE DES ALLIAGES ETUDIES

1) TRAITEMENTS THERMIQUES RETENUS

Le choix des cycles de traitement thermique utilisés pour les alliages que nous avons caractérisés a été guidé par les données relatives à leur effet telles qu'elles ont été exposées au paragraphe II-C.2 :

1) un traitement de remise en solution totale des précipités γ' secondaires et des plages eutectiques. Les températures utilisées ont été choisies en fonction de mesures d'A.T.D. et d'observations métallographiques exposées au paragraphe II-B.1. Suivant les alliages, des temps de 3 à 6h ont été appliqués. Les vitesses de refroidissement obtenues sur des barreaux de diamètre 10 mm par trempe à l'air (10°C/s) ou à l'huile ($\approx 70^{\circ}\text{C/s}$) assurent une finesse suffisante des précipités γ' de trempe ($< 0,3 \mu\text{m}$).

2) Un premier revenu à $1150^{\circ}\text{C}/1\text{h}$ assurant par coalescence des fins γ' de trempe une distribution de précipités γ' cuboïdaux alignés selon les axes du cube ($\approx 0,3$ à $0,4 \mu\text{m}$).

3) Un traitement de vieillissement de $870^{\circ}\text{C}/16\text{h}$.

Le tableau II-6 récapitule ces traitements ainsi que ceux correspondant aux alliages de la littérature envisagés pour lesquels nous avons trouvé des données.

2) CARACTERISATION EN FLUAGE DANS LA GAMME 760°C - 1050°C

Les propriétés en fluage relevées dans la littérature des alliages commerciaux étudiés sont reportées à la figure II-14 sous forme d'une représentation de Larson Miller. L'alliage CMSX-2 offre le meilleur potentiel de résistance au fluage, devançant les alliages NASAIR 100 et, plus largement, le Mar M 200. La courbe de l'U-700 est donnée pour l'état polycristallin, à défaut de données pour cet alliage à l'état monocristallin, dans lequel il devrait toujours montrer des caractéristiques mécaniques largement inférieures à celles du Mar M 200, du fait de sa teneur beaucoup plus faible en éléments durcissants.

ALLIAGE	Traitement de remise en solution	Traitement de premier revenu	Traitement de vieillissement
020	1290°C, 3h t.h.	1150°C, 1h t.h.	870°C, 16h
211	1290°C, 6h t.h.	1150°C, 1h t.h.	"
221	1290°C, 6h t.h.	1150°C, 1h t.h.	"
AM1(210)	1300°C, 6h t.a.	1150°C, 1h t.a.	"
210-Nb	1290°C, 6h t.a.	1150°C, 1h t.a.	"
U-700 (19)	1170°C, 4h	843°C, 24h	760°C, 16h
MAR M 200 (43)	1230°C, 1h t.a.	1150°C, 3h t.a.	870°C, 16h
NASAIR 100(48)	1302°C, 4h t.a.	980°C, 5h t.a.	870°C, 20h
CMSX-2 (39,45)	1315°C, 3h t.a.	1050°C, 16h t.a.	850°C, 48h
CMSX-2'	1300°C, 6h t.a.	1050°C, 16h t.a.	870°C, 16h
01 (49)	1330°C, 1h t.a.	1100°C, 30h t.a.	950°C, 96h t.a.
01 + Al	1340°C, 3h t.a.	1050°C, 16h t.a.	870°C, 16h

TABLEAU II-6 : Cycles de traitements thermiques utilisés
pour la caractérisation en fluage

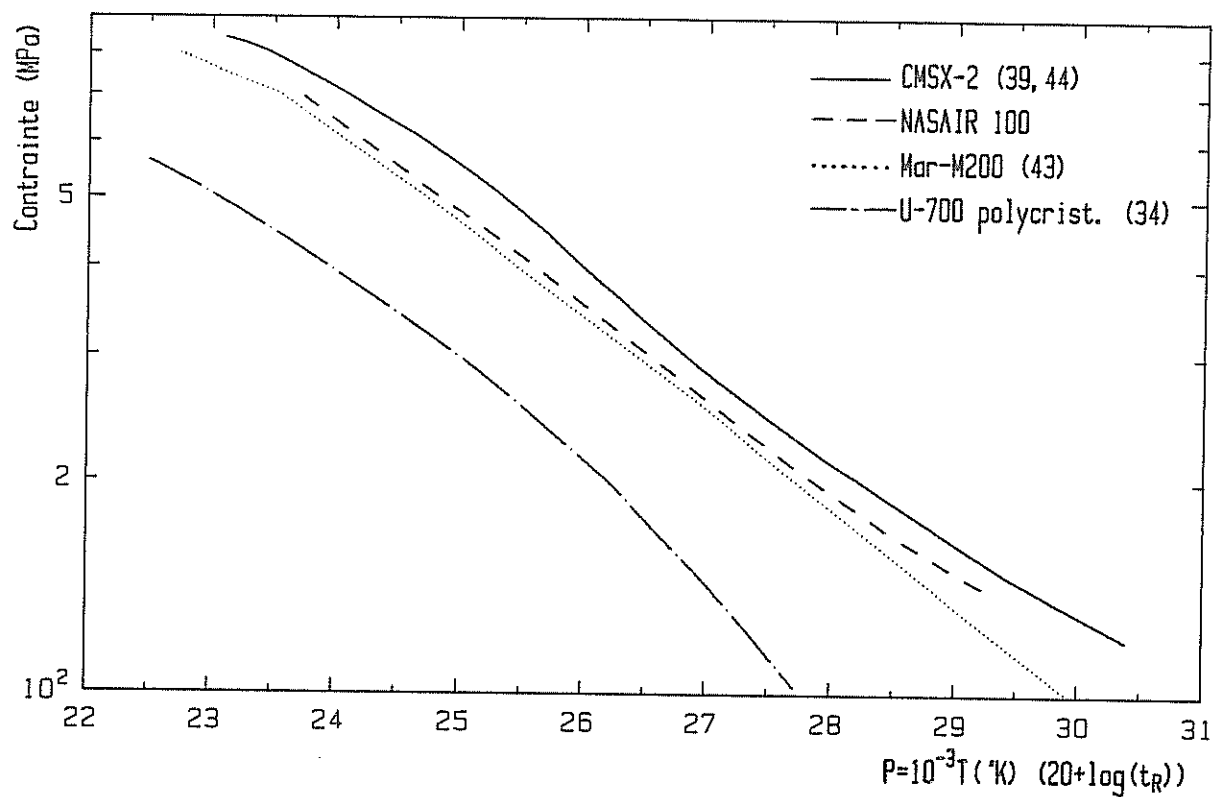


Figure II-14 : Comparaison des propriétés en fluage des alliages commerciaux retenus

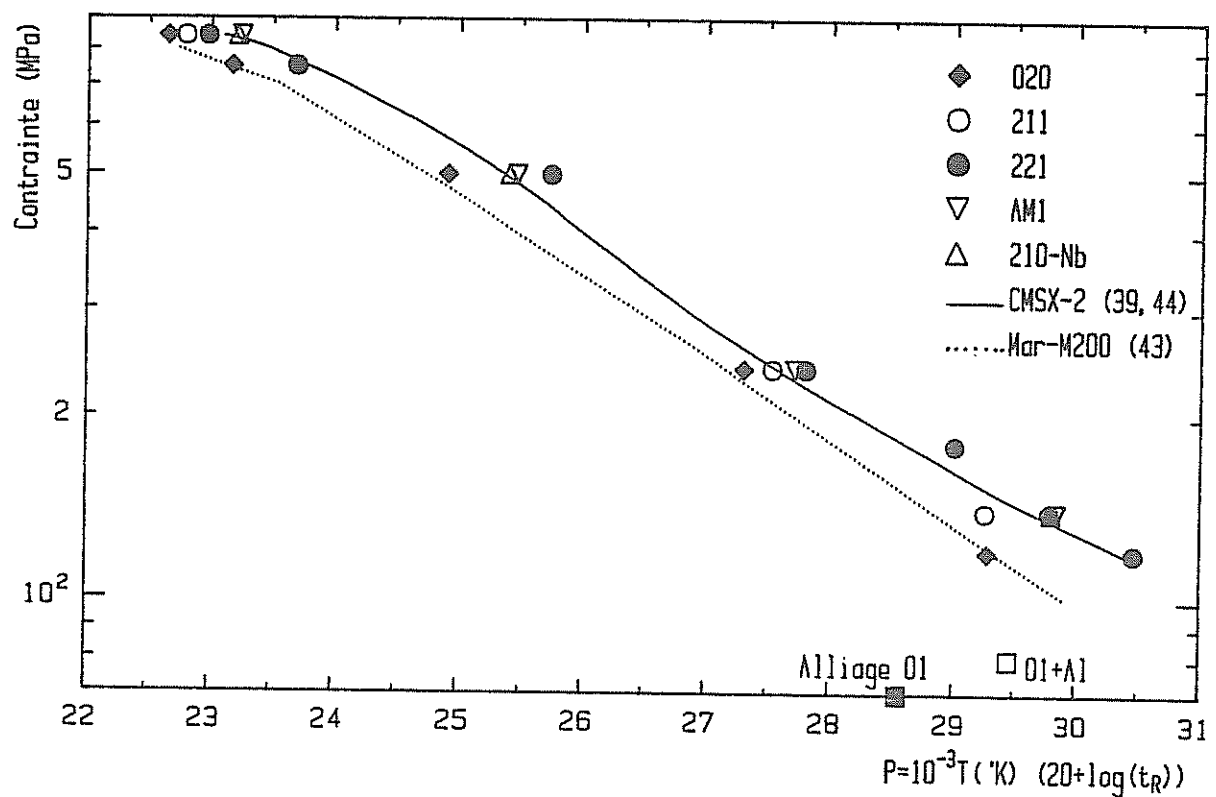


Figure II-15 : Représentation de Larson-Miller des propriétés en fluage rupture des autres alliages de l'étude.

Température (°C)	Alliage	Contrainte (MPa)	t _{1%} (h)	t _R (h)	A _R (%)
760	020	750 840	7 1	272 85	> 13 12
	211	840	6	116	13
	221	750 840	202 37	857 174	7 5
	AM1(210)	840	20	312	15
	210-Nb	840	18	293	18
850	020	500	18	152	23
	221	500	172	826	16
	AM1(210)	500	93	467	21
	210-Nb	500		411	15
950	020	240	18	213	42
	211	240	138	327	
	221	240	228	545	18
	AM1(210)	240	191	466	15
1050	020	120*	34	136	24
	211	140	78	131	29
	221	120	1004	1073	9
		140	254	330	17
		180	41	84	22
	AM1(210)	140	320	359	15
	210-Nb	140	294	332	12
	CMSX-2'	120	40	153	28
	01 (49)	70		38	
	01 + Al	80	86	186	≈ 50

TABEAU II-7 : Propriétés en fluage des alliages propres à l'étude

Les résultats des essais de fluage effectués sur les autres alliages de l'étude sont reportés au tableau II-7, et les données de fluage rupture correspondantes sont comparées à celles du Mar M 200 et du CMSX-2 à la figure II-15.

Les alliages 221, AM1 et 210-Nb du brevet en copropriété SNECMA/ONERA/ARMINES (8) possèdent une tenue au fluage excellente, globalement supérieure à celle de l'alliage CMSX-2. Les alliages 020 et CMSX-2' sont à rapprocher du Mar M 200 alors que le 211 a des propriétés intermédiaires entre les deux types d'alliages.

II-D. CONCLUSION

Dans ce chapitre essentiellement descriptif ont été présentés les matériaux de l'étude, ainsi que certaines de leurs caractéristiques physiques, microstructurales et mécaniques.

Un premier groupe de matériaux comprend des compositions mises au point et caractérisées au Centre des Matériaux dans le cadre du PDNM : les alliages 221, AM1 (210) et 210-Nb à propriétés en fluage élevées et les alliages 020 et 211 dont les performances sont plus en retrait.

Des alliages commerciaux pour lesquels des études ont été publiées dans la littérature ont également été retenus : l'U-700, le Mar M 200, le NASAIR 100 et le CMSX-2, ainsi qu'une variante expérimentale plus riche en Ta et appauvrie en Cr, W, Al et Ti, le CMSX-2'.

Nous avons enfin considéré l'alliage 01 étudié par Carry et Strudel (25-28) pour son comportement microstructural inhabituel lors du fluage à haute température, ainsi qu'une variante plus chargée en Al, le 01 + Al.

Ces alliages, de compositions très diverses, contiennent de 4 à 8 éléments d'alliage majeurs, et seuls l'U-700 et le Mar M 200 contiennent des

éléments mineurs tels C, B ou Zr. Ils possèdent une structure biphasée γ - γ' . La phase γ est essentiellement riche en chrome, cobalt et molybdène alors que la phase γ' de type Ni_3Al est riche en Al, Ti, Nb et Ta, le tungstène se répartissant de façon sensiblement égale entre les deux phases.

Les fractions volumiques de phase γ' , qui évoluent avec la température, varient d'environ 40% à 75% dans le domaine des basses températures.

L'utilisation du potentiel de résistance en fluage de ces matériaux requiert l'optimisation de leur microstructure par traitement thermique. Pour les alliages à forte fraction volumique de phase γ' (> 60%) de l'étude, elle est obtenue par la remise en solution aussi totale que possible de la phase γ' et par sa précipitation sous forme de cuboïdes alignés selon les directions $\langle 100 \rangle$, d'environ 0,35 à 0,50 μm d'arête. Les conditions à remplir pour obtenir une telle microstructure ont été étudiées :

- une vitesse de refroidissement suffisamment élevée (> 10°C/s) doit succéder au traitement de remise en solution afin d'éviter un grossissement excessif des précipités.

- un diagramme d'équivalence temps / température de premier revenu donnant la taille de précipités γ' a été établi. Les premiers revenus envisageables sont par exemple 1150°C/1h, 1100°C/5h, 1050°C/16h.

Parmi les alliages commerciaux de l'étude, le CMSX-2 possède les propriétés en fluage dans la gamme 760°C-1050°C les plus intéressantes. Les gains en température qu'il apporte par rapport au Mar M 200 vont d'une vingtaine à une cinquantaine de degrés suivant le niveau de contrainte envisagé. L'alliage NASAIR 100 a des propriétés intermédiaires alors que celles de l'U-700 sont nettement en retrait par rapport à celles du Mar M 200.

Dans le groupe des alliages caractérisés au Centre des Matériaux, le O20 et le CMSX-2' présentent des caractéristiques comparables à celles du Mar M 200. Celles du 211 sont intermédiaires entre celles du Mar M 200 et du CMSX-2. Celles du 221, de l'AM1 (210) et du 210-Nb sont globalement supérieures à celles de ce dernier.

CHAPITRE III

L'ECART PARAMETRIQUE, FONCTION DE
LA COMPOSITION ET DE LA TEMPERATURE

III-A. METHODES ENVISAGEABLES

III-A.1. INSTRUMENTS DE MESURE

La phase γ' des alliages base nickel, qui possède une structure ordonnée du type $L1_2$ a un paramètre cristallin voisin de celui du nickel ou de ses solutions solides. Les valeurs de l'écart paramétrique $\delta = (a_{\gamma'} - a_{\gamma})/a_{\gamma}$ rencontrées dans les matériaux qui nous intéressent sont encadrées par les valeurs de $\approx + 6 \times 10^{-3}$ correspondant au système binaire NI-Al à 20°C (50) et celles de $- 8.10^{-3}$ dans les alliages fortement chargés en Mo (40). La mesure d'écarts paramétriques de l'ordre de quelques 10^{-3} requiert donc des techniques fines.

1) FRANGES δ

Les déformations élastiques induites par l'accolement quasi-cohérent d'un précipité γ' et d'une matrice γ de paramètres différents peuvent donner lieu, lors de l'examen de lames minces par MET, à l'observation de franges δ (51). Oblak et Kear (52) ont mis au point une méthode de simulation qui montre que l'amplitude des oscillations de contraste est fonction de l'écart paramétrique mais aussi du paramètre de déviation à l'angle de Bragg.

La difficulté de mesurer des intensités d'oscillations de contraste au MET, la nécessité de connaître la longueur d'extinction de la réflexion utilisée ainsi que le paramètre de déviation, rendent difficile l'obtention de données quantitatives à l'aide de franges δ .

Le caractère sombre ou brillant des franges extrêmes permet cependant de déterminer le signe de l'écart paramétrique. La méthode due à Ardell (51) que nous avons utilisée pour certains de nos alliages est exposée en annexe II. La température correspondant à la mesure est bien évidemment celle de la lame et ne saurait excéder de beaucoup l'ambiante.

2) DIFFRACTION DES RAYONS X

La méthode la plus classique pour la mesure absolue ainsi que pour les mesures relatives de paramètres cristallins est la diffraction des rayons X, généralement dans des goniomètres θ , 2θ . Dans un cristal non déformé, à paramètre uniforme, une détermination extrêmement précise de la valeur de celui-ci est possible.

Cette méthode, à caractère macroscopique verra donc sa résolution essentiellement limitée par l'existence de champs de déformation dans les matériaux envisagés. L'application de traitements thermiques appropriés à des alliages biphasés permet de réduire ces champs de déformation et il est alors possible de mesurer des écarts paramétriques de l'ordre de 10^{-3} (39, 53, 54).

L'utilisation d'une chambre maintenue sous vide, afin d'éviter l'oxydation de l'échantillon, permet des mesures à haute température, et malgré l'augmentation avec la température de la diffusion thermique diffuse des rayons X, la mesure d'écarts paramétriques d'une amplitude de l'ordre de 1.5 à 2×10^{-3} est possible jusque vers 1000°C , à condition d'opérer selon des règles très précises. Il est indispensable entre autres, d'opérer sur un échantillon monocristallin longuement revenu à haute température et soigneusement orienté sur le goniomètre (54).

3) DIFFRACTION DES ELECTRONS EN FAISCEAU CONVERGENT (DEFC)

L'illumination d'un faible volume d'une lame mince par un faisceau d'électrons convergent ($2\alpha \approx 10$ mrad) donne lieu à un diagramme de diffraction où les noeuds de la zone de Laue d'ordre zéro (ZLOZ) ne sont plus des points comme en diffraction en sélection d'aire avec un faisceau parallèle, mais des disques. Lorsque le cristal est soigneusement orienté selon un axe de zone de bas indice, la convergence du faisceau, et donc la multiplicité des directions des électrons incidents, permet à certaines d'entre elles d'être en position de Bragg pour des familles de plans réticulaires d'ordre élevé désorientés de quelques degrés par rapport à l'axe du cône du faisceau incident. A ces familles de plans correspondent des noeuds du réseau réciproque appartenant aux zones de Laue d'ordre plus élevé (ZLOE), et plus particulièrement à la zone de Laue d'ordre un (ZLOU). Il s'ensuit que dans le disque central des lignes sombres correspondant à un déficit d'électrons sont observées.

La position de ces lignes est fonction de la tension d'accélération des électrons et du paramètre réticulaire. Pour un axe de zone donné, il existe des valeurs particulières de tension d'accélération des électrons pour lesquelles les motifs d'intersection de plusieurs lignes de ZLOE se modifient extrêmement rapidement avec le paramètre cristallin.

Jones et coll. (55) ont montré que la détermination de la position exacte des lignes de ZLOE nécessitait l'utilisation de la théorie dynamique à n ondes, mais que la théorie cinématique permet de rendre compte de leurs déplacements relatifs lors de variations de paramètre ou de haute tension.

Cette technique permet donc des mesures d'écarts paramétriques. Elle est essentiellement confinée à la température ambiante, car l'augmentation de la diffusion thermique diffuse avec la température rend rapidement l'observation des lignes de ZLOE difficile.

Etant donné que nous ne disposions pas pour le microscope EM430 du laboratoire d'un porte-objet permettant d'orienter aisément un échantillon en axe de zone, nous avons effectué des mesures d'écart paramétrique sur un seul alliage, le NASAIR 100, afin de comparer les résultats ainsi obtenus avec ceux que Nathal et Ebert (38) ont obtenus par diffraction des R.X.

Le mode de préparation des échantillons, les conditions opératoires retenues et la méthode de simulation de la position des lignes de ZLOE mise au point sont exposées en annexe II.

4) DISLOCATIONS D'INTERFACES

Le vieillissement prolongé à haute température d'alliages biphasés γ - γ' provoque la coalescence des précipités γ' . De nombreux auteurs (56-62) ont montré que la croissance des précipités suivait une loi en $t^{1/3}$. Une telle variation est prévue par le modèle de croissance de Lifshitz, Slyozov (63) et Wagner (64), bien que ce modèle ne permette en général pas, et surtout pour les matériaux à fraction de précipités élevée, de retrouver les histogrammes de tailles de particules observés expérimentalement.

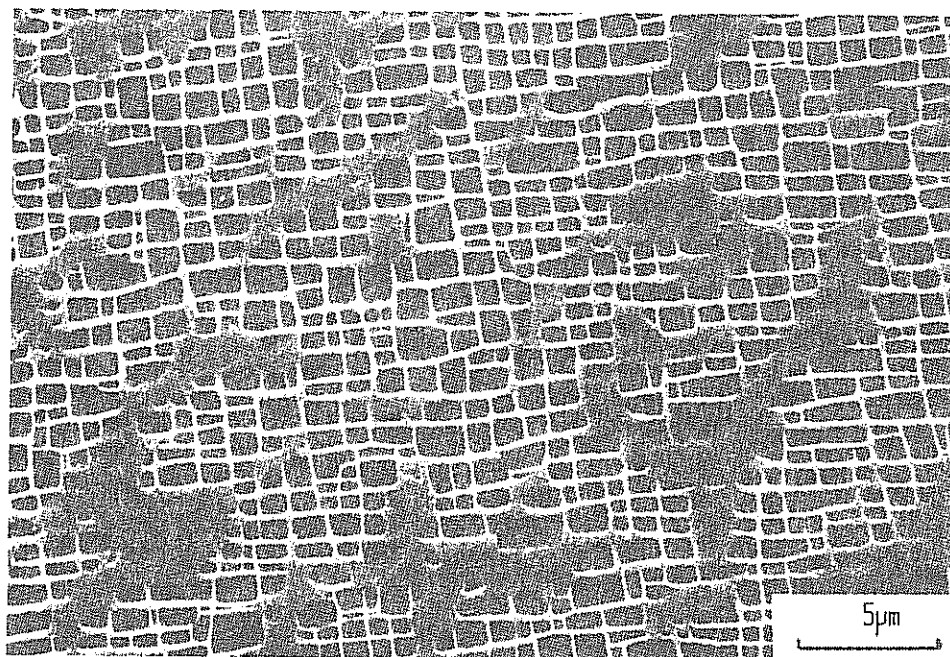


Figure III-1 : Microstructure de l'alliage 221 après vieillissement à 1050 °C pendant 200h, précédé du traitement 1290 °C, 6h th



Figure III-2 : Vue générale d'arrangements de dislocations dans des interfaces inclinées dans l'alliage 221 vieilli 200h sans contrainte à 1050 °C. La normale à la lame est [110]. (MET 300kV, photo J.C. Van Duysen, EDF)

A 1050°C, pour des temps de quelques centaines d'heures, on atteint des tailles de précipités de l'ordre de 2 μm (fig. III-1). Lorsqu'un écart paramétrique existe, les contraintes de cohérence se trouvent amplifiées par la taille des précipités et elles peuvent alors être relaxées, au moins partiellement, par la multiplication et la mise en place de dislocations dans les interfaces γ - γ' .

Lasalmonie et Strudel (65) ont analysé les réseaux de dislocations d'interface, et Carry et Strudel (25) ont montré qu'elles provenaient des sous-joints. La figure III-2 montre les structures de dislocations dans l'alliage 221 vieilli 200 h à 1050°C. On y observe des zones où les interfaces γ - γ' sont tapissées de dislocations sensiblement parallèles et équidistantes. Une analyse détaillée montre qu'elles ont un caractère proche de dislocations purement coin et que leur demi-plan supplémentaire associé est voisin de la normale à l'interface.

La trempe à l'eau de petits échantillons, ou hypertrempe, qui suit les vieillissements, et la précipitation de γ' hyperfins qui en résulte, assure l'immobilisation sur place des dislocations. Ceci nous permet de penser que les configurations que nous observons dans une lame mince à température ambiante sont représentatives de celles d'équilibre à haute température. L'utilisation de la formule $|\delta_{HT}| = \frac{A|b|}{d}$, où d est la distance réelle entre dislocations de vecteurs de Burgers b , et $A < 1$ un terme correctif tenant compte d'éventuels écarts par rapport à une position purement coin et/ou entre la direction du demi-plan supplémentaire et celle de la normale à l'interface, permet donc une estimation de l'amplitude de l'écart paramétrique à haute température. Le signe de δ_{HT} peut être obtenu en observant les dislocations dans des conditions de diffraction où les profils d'images sont asymétriques. Les conditions opératoires utilisées dans cette étude sont indiquées en annexe II.

Les mesures que nous avons effectuées semblent indiquer que la limite de résolution de l'écart paramétrique à 1050°C est de l'ordre de 1.5×10^{-3} pour des temps de maintien de ≈ 200 h et que la précision est de l'ordre de $\pm 3 \times 10^{-4}$. L'utilisation d'un prétraitement à plus haute température (par exemple 1150°C) où la multiplication des dislocations est plus aisée permet d'augmenter légèrement cette résolution et de la porter jusqu'à 10^{-3} environ.

Si l'on effectue des maintiens isothermes ne dépassant pas 1000 h, la technique des dislocations d'interface semble, pour la mesure d'écarts paramétriques de l'ordre de $|\delta| \approx 2 \times 10^{-3}$, être limitée aux températures supérieures à 1000°C.

Nous l'avons mis en oeuvre pour mesurer l'écart paramétrique à 1050°C de tous les alliages de l'étude.

III-A.2. ETAT MICROSTRUCTURAL DES ECHANTILLONS

1) MESURES SUR ECHANTILLON MASSIF OU EXTRACTION

Des techniques d'extraction électrolytique classiques (35) permettent la dissolution sélective de la phase γ . Le paramètre réticulaire des précipités γ' recueillis, relaxés des contraintes de cohérence peut alors être mesuré par rayons X.

La phase γ étant la matrice, il n'est pas possible de l'isoler de la phase γ' et son paramètre doit donc être déterminé sur échantillon massif. C'est la méthode utilisée par Grose et Ansell (53). Si elle s'applique bien à leurs alliages dont la fraction volumique de phase γ' ne dépasse pas 30%, elle ne permet pas une grande résolution pour des matériaux à plus forte teneur en γ' comme le CMSX-2 (39) : la phase γ , devenue minoritaire, diffracte une intensité X moindre et celle-ci se trouve d'autre part répartie dans des pics de diffraction plus étalés et déformés à cause des distorsions élastiques importantes auxquelles cette phase se trouve soumise.

2) MICROSTRUCTURE DES ECHANTILLONS MASSIFS

a) Taille de la microstructure

Lorsque l'on désire effectuer des mesures d'écart paramétrique, une première idée peut être d'opérer sur un échantillon ayant subi un cycle de traitement thermique complet, ce qui pour des alliages à fraction volumique de phase γ' de l'ordre de 60% implique que la taille des précipités γ' sera de l'ordre de 0,3 à 0,5 μm et que celle des couloirs de phase γ ne dépassera pas 0,1 μm environ.

Que la technique utilisée soit la DEFC ou la diffraction RX, une telle microstructure n'est pas idéale : pour la DEFC, vu que l'axe de zone sous lequel l'échantillon est observé est imposé (voir III-A.1.3 et annexe II) et différent de $\langle 100 \rangle$, la faible taille des couloirs de phase γ risque de ne pas permettre d'observer des zones suffisamment larges où une lame mince ne contient que cette phase dans son épaisseur. Pour la diffraction des rayons X, les contraintes de cohérence encaissées par de fins couloirs de γ peuvent empêcher de distinguer les pics de diffraction de cette phase.

Un premier remède s'appliquant aux deux techniques consiste à travailler sur une microstructure plus grossière avec éventuellement des interfaces semi cohérentes. Cette structure est obtenue par coalescence à des températures de l'ordre de 1000 à 1050°C. Pour les mesures par DEFC, nous avons utilisé un maintien de 200 h à 1050°C comme traitement de coalescence, ce qui nous assure des tailles de couloirs γ suffisants. Nathal et coll. (54) ont pour leurs mesures aux rayons X utilisé des maintiens à 1000°C, éventuellement sous faible charge.

La plus grande taille des précipités et des distances inter-précipités, et la relaxation des contraintes de cohérence à laquelle peut contribuer la présence de dislocations d'interface, permettent de résoudre par rayons X des écarts paramétriques de l'ordre de $1,8 \times 10^{-3}$ sur échantillon massif (54).

Un deuxième remède a été utilisé par Caron et Khan (39) sur le CMSX-2 : le fractionnement de cet alliage en une fine poudre et le revenu sous vide à haute température (1000°C, 1h) conduisent à une relaxation des contraintes de cohérence dans cet alliage. L'utilisation d'une caméra de type Seeman-Bohlin permet à ces auteurs de résoudre les pics de diffraction des deux phases et de mesurer un écart paramétrique de $+ 1,4 \times 10^{-3}$ à l'ambiante.

b) Etat d'équilibre du matériau

Ce paragraphe concerne les mesures que l'on peut effectuer, à l'ambiante comme en température avec l'une des méthodes mentionnées en III-A.1 à l'exclusion de la méthode des dislocations d'interface pour laquelle les conditions de préparation des échantillons sont décrites en III-A.1 et en annexe II .

Comme nous l'avons vu en II-B.2, la fraction volumique de phase γ' à l'équilibre est fonction de la température, mais ne semble pas évoluer de façon sensible entre $\approx 870^\circ\text{C}$ et l'ambiante. A une température suffisamment élevée pour permettre des processus de diffusion, les notions d'équilibre de phases et de composition de phases ont un sens. A la température ambiante, on ne peut pas considérer que ce soit strictement le cas. La microstructure d'un alliage va dépendre du cycle de traitement thermique subi, et en particulier de la température du dernier maintien, et éventuellement de la vitesse de refroidissement lui succédant.

Il est ainsi possible de connaître la situation fort complexe d'un échantillon à température ambiante dont la microstructure est le résultat d'un équilibre de phases γ - γ' de haute température, plus d'éventuelles différences de dilatation thermique de ces deux phases au cours du refroidissement, plus des réactions de précipitation de γ' dans ce qui était la phase γ à haute température, plus éventuellement des différences de dilatation thermique entre les précipités formés au cours du refroidissement et ce qui demeurera la phase γ à température ambiante.

Un cas extrême est illustré par les expériences de Ricks et coll. (66) qui ont effectué par DEFC, donc à 20°C , des mesures d'écart paramétrique sur des alliages base nickel trempés à partir d'une température de 20°C inférieure à celle du solvus γ' : la présence d'une grande densité de fins précipités γ' de trempe dans la "phase γ " rend toute mesure sujette à caution et explique probablement l'accord plutôt médiocre que ces auteurs obtiennent entre leurs mesures par DEFC et des déterminations par rayons X.

Dans le cas des procédures utilisées par Caron et Khan (39) ou par Nathal et coll. (54), le dernier palier de température est à 1000°C . Comme le montre la figure II-1, l'écart entre $f_v^{\gamma'}$ à l'équilibre à cette température et celle à l'équilibre aux plus faibles températures est relativement faible. Si de plus, le refroidissement imposé à leurs échantillons est suffisamment lent, l'obtention d'un équilibre à température plus basse n'est pas exclu. Le type de refroidissement utilisé n'est cependant précisé ni dans (39), ni dans (54).

Il nous semble pour notre part, que la façon la plus correcte de définir un écart paramétrique à température ambiante consiste à tenter de réaliser une situation d'équilibre à une température d'une part suffisamment élevée pour que la diffusion permette effectivement d'être très proche d'une situation d'équilibre pour des temps de maintien raisonnables, et d'autre part suffisamment basse pour rendre négligeable la quantité de phase γ' susceptible de se former entre cette température et l'ambiante. Une température de l'ordre de 870°C et des temps de l'ordre de 1000h paraissent satisfaire ces critères. L'écart paramétrique à 20°C peut alors être considéré comme étant celui existant à l'équilibre à 870°C, simplement corrigé par des différences éventuelles de coefficient d'expansion thermique entre les deux phases.

Le traitement que nous avons retenu pour les mesures par DEFC sur le NASAIR 100 décrit en annexe II, avait cet objectif.

Pour les estimations de signe de δ à 20°C par la méthode des franges δ , un maintien de 2000h à 950°C a été appliqué. Ce type de traitement, qui établit une population de précipités γ' de l'ordre de 1 à 2 μm avec une faible densité de dislocations d'interface, a en effet les deux avantages suivants :

- à la grande taille des précipités correspond des espaces de phase γ plus larges séparant les γ' évitant ainsi la superposition de systèmes de franges dus à des précipités adjacents.
- l'interprétation n'est pas compliquée par une interaction entre le contraste dû aux dislocations d'interface et celui dû aux franges δ .

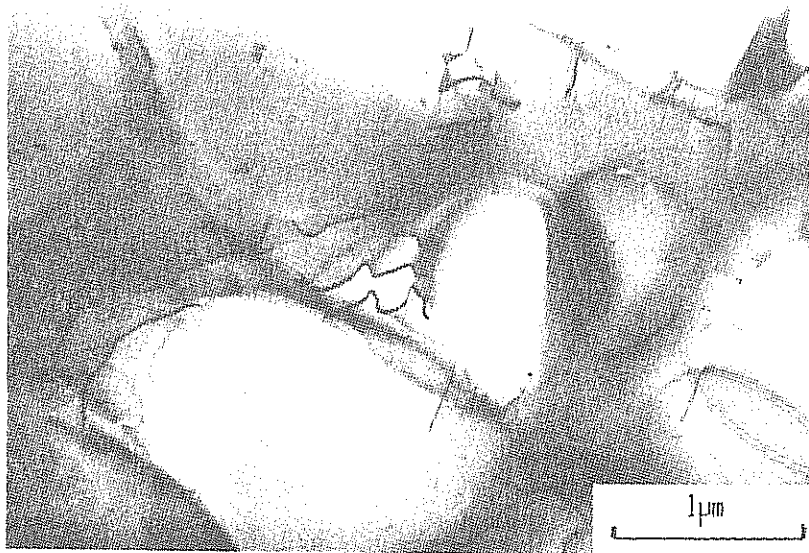


Figure III-3 : Structures de dislocations dans l'alliage 020 vieilli 500h à 1050 °C
(traitement préalable: 1290 °C, 3h th).

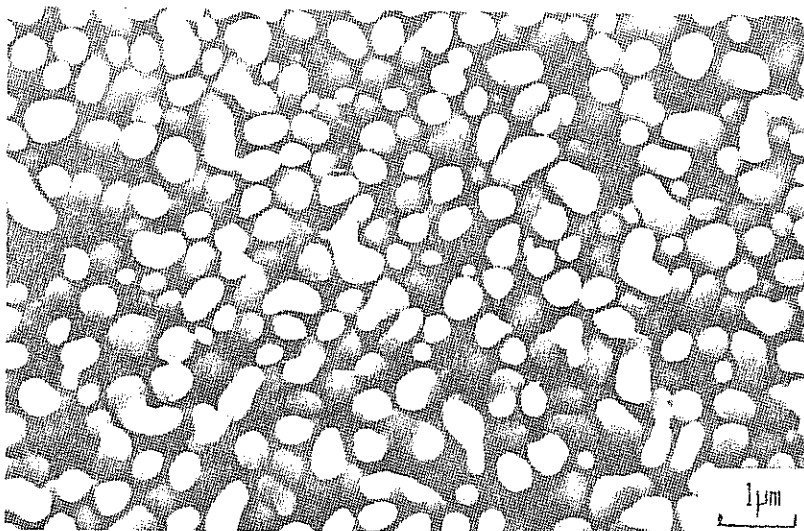


Figure III-4 : Aspect des précipités γ' dans l'alliage 020 traité 1290 °C, 3h th + 1050 °C, 8h

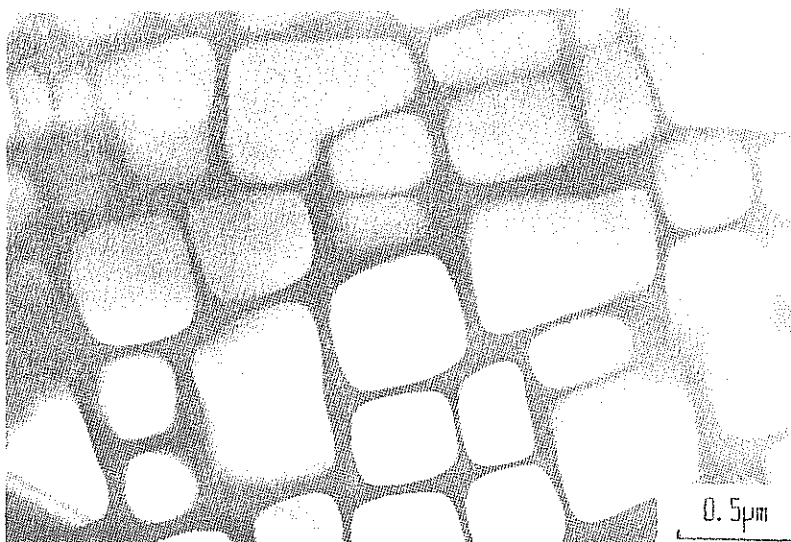


Figure III-5 : Aspect des précipités γ' dans l'alliage 211 traité 1290 °C, 6h th + 1050 °C, 16h th

III-B. MESURES DE L'ECART PARAMETRIQUE

III-B. MESURES A HAUTE TEMPERATURE (1050°C)

La méthode des dislocations d'interface a été mise en oeuvre pour tous les alliages de l'étude pour la mesure des écarts paramétriques à 1050°C. Après des maintiens de 200h, deux alliages, le 020 et le 211 ne présentaient qu'une densité faible de dislocations (moins d'une dislocation par précipité), permettant uniquement la détermination du signe de l'écart paramétrique, qui s'est révélé être négatif dans les deux cas.

Pour le 211, afin d'accroître la sensibilité de la méthode, un traitement biétagé a été appliqué : 1150°C/24h puis refroidissement à 17°C/h jusqu'à 1050°C et maintien de 200h à cette température. Ce traitement a effectivement abouti à la formation de réseaux de dislocations d'interface dont le caractère est décrit en annexe II. Une valeur d'écart paramétrique de l'ordre de -1×10^{-3} a pu être mesurée.

Dans le cas du 020, un traitement prolongé (500h) à 1050°C a été appliqué. De rares plages où des dislocations étaient présentes aux interfaces ont pu être observées (figure III-3), mais ces dislocations étaient disposées de façon trop irrégulière pour qu'une mesure précise de l'amplitude de δ soit possible. Les distances observées entre dislocations identiques sur une même interface correspondaient à une amplitude inférieure à 10^{-3} . La faible amplitude de δ ($< 10^{-3}$) semble être confirmée par l'observation des précipités γ' présents dans l'alliage après 8h de maintien à 1050°C (fig. III-4). Si ces précipités ont une forme cuboïdale à coeur de dendrite, dans les espaces interdendritiques leur forme est beaucoup plus irrégulière, ce qui indique que les contraintes de cohérence sont faibles. A titre de comparaison, dans l'alliage 211 vieilli 1050°C/16h, les précipités γ' ont partout une forme cuboïdale (fig. III-5).

Dans le cas du CMSX-2', alliage dérivé du CMSX-2, un traitement biétagé différent de celui appliqué au 211 a été retenu (voir annexe II). L'observation des structures de dislocations conduit à penser que ce matériau possède une valeur de δ très proche de zéro, probablement légèrement positive.

L'ensemble des résultats des mesures d'écarts paramétriques à 1050°C est exposé au tableau III-1.

A l'exception des alliages 01 et 01+Al, tous les autres matériaux possèdent un écart paramétrique négatif. Il est à remarquer que Carry (26) indique une valeur de -4×10^{-3} à 950°C pour l'alliage 01. Cet auteur a utilisé l'observation de dislocations d'interface pour estimer l'amplitude de δ mais ne précise pas si le signe de δ a effectivement été déterminé. Le signe avancé par Carry pourrait provenir d'une transposition hâtive de celui déterminé par Lasalmonie et Strudel (65) sur un alliage de composition différente.

III-2. MESURES A TEMPERATURE AMBIANTE

La technique des franges δ a été utilisée pour déterminer le signe de l'écart paramétrique à l'ambiante de certains des alliages étudiés. Les résultats sont présentés au tableau III-1 à côté des valeurs que l'on peut trouver dans la littérature pour l'U-700 (52), le NASAIR 100 (38) et le CMSX-2 (39).

Pour ce dernier alliage, notre détermination et la mesure effectuée par Caron et Khan (39) donnent un même signe de l'écart paramétrique à 20°C.

Dans le cas du NASAIR 100, il existe également un très bon accord entre les mesures que nous avons effectuées par DEFC et la détermination par rayons X de Nathal et Ebert (38).

Pour les alliages 01 et 01+Al, nous avons utilisé la méthode d'estimation d'écart paramétrique proposée par Watanabe et Kuno (67), qui sera décrite dans le paragraphe suivant, les détails de calcul étant exposés en annexe IV.

	δ 20°C (franges δ ou ref)	δ 1050°C (dislocations) d'interfaces)
020	> 0	$- 1 \times 10^{-3} < \delta < 0$
211	> 0	$\approx - 1 \times 10^{-3}$
221	> 0	$- 2,3 \times 10^{-3}$
AM1(210)	> 0	$- 3,5 \times 10^{-3}$
210-Nb	> 0	$- 3,5 \times 10^{-3}$
U-700	$\approx + 10^{-3}{}^a$	$- 4,4 \times 10^{-3}$
Mar M 200	> 0	$- 3,3 \times 10^{-3}$
NASAIR 100	$- 3 \times 10^{-3}{}^b$ $-(3,0 \pm 0,9) \times 10^{-3}{}^c$	$- 5,5 \times 10^{-3}$
CMSX-2	$+ 1,4 \times 10^{-3}{}^d$ > 0	$- 3,0 \times 10^{-3}$
CMSX-2'		≈ 0 ou > 0
O1	$+ 10,3 \times 10^{-3}{}^e$	$+ 3,7 \times 10^{-3}$
O1 + Al	$+ 8,6 \times 10^{-3}{}^e$	$+ 2,3 \times 10^{-3}$

TABEAU III-1 : Mesures de l'écart paramétrique à 20°C et 1050°C.

- a : ref.(52) (franges δ)
 b : (38) (RX sur échantillon massif)
 c : mesure par DEFC
 d : (39) (RX sur poudre d'alliage)
 e : calculé d'après la méthode proposée par Watanabe et Kuno (67)

Le même type de calcul, appliqué au CMSX-2 dans l'hypothèse d'une fraction volumique de phase γ' de 68% (39) aboutit à une valeur de δ de $+ 3 \times 10^{-3}$ au lieu des $1,4 \times 10^{-3}$ mesurés par Caron et Khan (39), ce qui donne une idée de la précision de ce type d'estimation.

III-C. INTERPRETATION DES RESULTATS

III-C.1. DEMARCHE SUIVIE

Si l'on souhaite calculer les paramètres cristallins des phases γ et γ' d'un alliage, et donc son écart paramétrique, il est nécessaire de connaître :

- la fraction volumique de la phase γ' à la température considérée
- la partition des éléments d'alliage entre γ et γ'
- les lois de variation de paramètre des phases γ et γ' avec leur composition.

Sur les deux premiers points, nous ne sommes pas en possession de données sur tous les alliages de l'étude. Des estimations de δ impliqueraient donc l'utilisation d'une méthode de prédiction.

Vu l'accumulation d'erreurs à laquelle on peut s'attendre, il ne nous a pas paru raisonnable de calculer les écarts paramétriques des alliages étudiés, à 20°C ou à 1050°C.

Après avoir discuté les variations de δ avec la température, en relation avec la composition des alliages, nous nous bornerons à tenter d'expliquer les variations d'écart paramétrique à haute température résultant de faibles

variations de composition, car l'effet d'inexactitudes dans les hypothèses de prédiction devrait être nettement plus faible que lors du calcul complet de δ .

La démarche que nous avons utilisée, et dont les détails sont exposés en annexe IV est inspirée des travaux de Watanabe et Kuno (67).

La première hypothèse porte sur les coefficients de partition des éléments entre γ et γ' . On a supposé qu'ils restaient pour chaque élément constants d'un alliage à l'autre, à une même température. Pour la température ambiante, nous avons utilisé les coefficients préconisés par Watanabe et Kuno (67) qui sont les moyennes des coefficients obtenus par Krieger et Baris (35) sur 15 alliages base nickel.

Pour 1050°C nous avons utilisé les moyennes des coefficients calculés à partir d'analyses X par dispersion d'énergie en STEM sur lames minces des alliages 211 et 221 vieillis à 1050°C (annexe II).

Lorsque la fraction volumique de phase γ' était inconnue, une deuxième hypothèse est nécessaire. Celle que nous avons choisie est liée au fait que la phase γ' est de type Ni_3Al et que les éléments d'alliage de cette phase, Co et Cr exceptés, occupent presque exclusivement des sites d'aluminium (68). L'utilisation du terme $\Sigma \text{at} (\text{Al} + \text{Ti} + \text{Nb} + \text{Ta} + \text{Mo} + \text{W})$ dans γ' nous a donc paru appropriée. Pour les estimations à 20°C, nous avons utilisé une valeur de l'ordre de 23,50%, i.e. proche de celle obtenue pour le CMSX-2 en utilisant la valeur de $f_v^{\gamma'}$ déterminée par Caron et Khan (39). Pour celles relatives à 1050°C nous avons choisi pour ce terme une valeur de l'ordre de 21% qui correspond à la moyenne des sommes obtenues expérimentalement sur le 211 et le 221 à cette température (annexe II).

Les variations des paramètres cristallins ont été calculées en utilisant les coefficients de Vegard retenus par Watanabe et Kuno et dus à Pearson (69, 70).

III-C.2. EFFET DE LA TEMPERATURE SUR L'ECART PARAMETRIQUE

1°) EVOLUTION DE δ AVEC LA TEMPERATURE

Dans de nombreuses études portant sur des corrélations entre δ et les propriétés mécaniques à chaud d'alliages base nickel, dont celles de Mirkin et Kancheev (71), Decker et Mihalisin (50) et Maniar et coll. (72, 73), l'éventualité de variations de δ avec la température n'a pas été envisagée, et les raisonnements sur ces corrélations ont été basés sur les valeurs de δ mesurées à température ambiante.

Grose et Ansell (53) sont à notre connaissance les premiers à avoir étudié l'influence de la température (20°C-800°C) sur l'écart paramétrique, et ceci dans le système Ni-15% at Cr-Al-Ti-Mo, sur des alliages dont la fraction volumique de phase γ' n'excédait pas 30%.

Ils ont été suivis par Nathal et coll. (54) dont les mesures dans la gamme de températures 20°C-1000°C ont porté sur des alliages à $f_v^{\gamma'}$ élevée, dont le NASAIR 100.

Grose et Ansell (53) comme Nathal et coll. (54) ont observé pour tous leurs alliages une décroissance algébrique de δ avec la température.

Comme le montre le tableau III-1 une telle décroissance existe également pour tous les alliages de l'étude, les écarts entre les valeurs de δ à 20°C et à 1050°C pouvant dépasser 5×10^{-3} .

De plus, le signe de δ change lorsque la température est élevée pour les alliages 020, 211, 221, AM1, 210-Nb, U-700, Mar M 200 et CMSX-2, et c'est à notre connaissance la première fois que de tels changements de signe sont établis expérimentalement, fait qui a, dès à présent, donné lieu à des publications (74, 75).

La première raison de la décroissance algébrique de δ avec la température est que le coefficient de dilatation de la phase γ est plus élevé que celui de la phase γ' , ce qui avait été constaté dès 1975 par Morrow et coll (76) dans le système Ni-Cr-Mo-Al.

Selon Morrow et coll. (76) comme Grose et Ansell (53), les fortes liaisons atomiques associées à un composé intermétallique de composition stoechiométrique seraient responsables du faible coefficient de dilatation de la phase γ' . Un deuxième phénomène susceptible de modifier la valeur de δ est que lorsque des températures élevées sont atteintes, la fraction volumique de phase γ' cesse d'être constante et il en va alors de même pour la composition des deux phases.

De telles variations peuvent être estimées à partir des calculs de composition de phases à 20°C et 1050°C présentés en annexe IV. Comme le montre le tableau III-2, l'élévation de température et la diminution de $f_v^{\gamma'}$ qui en résulte, se traduisent par une diminution dans γ des concentrations des éléments γ -gènes : Co, Cr, Mo et W, et un enrichissement en éléments γ' -gènes : Al, Ti, Nb, Ta. Dans la phase γ' les variations de composition avec la température paraissent moins systématiques, si l'on excepte un enrichissement en Co et un appauvrissement en Al.

Le calcul de la variation d'écart paramétrique (tableau III-2), à partir de coefficients de Vegard relatifs à la température ambiante (annexe IV), prévoit que l'élévation de température se traduise pour tous les alliages de l'étude par une décroissance algébrique de δ , s'ajoutant à celle due à la différence de coefficients de dilatation des deux phases.

Une telle prédiction semble en accord avec la forme des courbes $\delta = f(\text{température})$ obtenues par Grose et Ansell (53) et Nathal et coll. (54). Comme l'indique la figure III-6, la pente de ces courbes augmente vers des températures où la phase γ' commence à se mettre en solution de manière appréciable.

	$f_v^{\gamma'}$ 20°C/ 1050°C (%)	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Δa 10^3 \AA	$\Delta \delta$ $\times 10^3$
020	65/60	-2,69 +1,03	-3,14 +0,21	-	+0,24 -0,18	+3,76 -1,57	+0,84 -0,29	-	+1,06 -0,41	10,65 -2,42	-3,7
211	68/63	-2,93 +1,26	-3,69 +0,09	+0,23 -0,25	-0,28 -0,27	+3,39 -2,48	+0,58 +0,33	+0,42 -0,09	+1,32 -0,22	9,91 -1,93	-3,3
221	75/68	-4,12 +0,57	-5,21 -0,21	+0,07 -0,29	+0,14 -0,32	+3,67 -1,00	+0,82 +0,34	+0,40 -0,19	+1,01 -0,44	8,73 -3,03	-3,3
AM1(210)	71/65	-2,75 +0,73	-3,47 +0,06	0,17 -0,24	+0,29 -0,19	+4,10 -1,15	+0,50 -0,10	-	+1,18 -0,29	11,04 -2,30	-3,7
210-Nb	71/65	-2,75 0,73	-3,47 +0,06	+0,17 -0,24	+0,29 -0,19	+4,00 -1,12	+0,50 -0,10	+0,42 -0,14	+1,03 -0,25	11,99 -2,67	-4,1
U-700	38/25	-2,75 +1,85	-3,50 +0,07	-0,26 -0,44	-	+3,15 -3,23	+1,83 -1,37	-	-	6,05 -3,23	-2,6
Mar M 200	56/49	-2,74 +1,37	-2,51 +0,14	-	+0,42 -0,54	+3,90 -2,27	+0,93 -0,43	+0,45 -0,30	-	+10,23 -3,13	-3,7
NASAIR 100	68/54	-	-6,25 -0,32	-0,07 -0,14	+0,35 -0,47	+4,79 -0,80	+0,56 +0,01	-	+0,53 -0,03	+6,07 -1,61	-2,1
CMSX-2	68/62,5	-1,91 +0,62	-3,03 -0,07	+0,04 -0,06	+0,40 -0,28	+4,21 -1,47	+0,42 -0,12	-	+0,90 -0,29	10,46 -1,61	-3,4
CMSX-2'	62/55	-1,74 +0,67	-2,62 +0,09	+0,01 -0,06	+0,29 -0,30	+4,19 -1,83	+0,09 -0,03	-	+1,25 -0,49	10,69 -2,76	-3,8
01	54/20	-	-2,92 -0,17	-	-	+4,77 -1,75	-	-	+1,62 -0,23	11,75 -0,86	-3,5
01+Al	55/38	-	-2,78 -0,11	-	-	+5,06 -1,74	-	-	+1,28 -0,28	11,03 -1,04	-3,4

TABLEAU III-2 : Variation de composition des phases γ et γ' entre 20°C et 1050°C (% at) et effet sur les paramètres de maille et sur δ .

γ
γ'

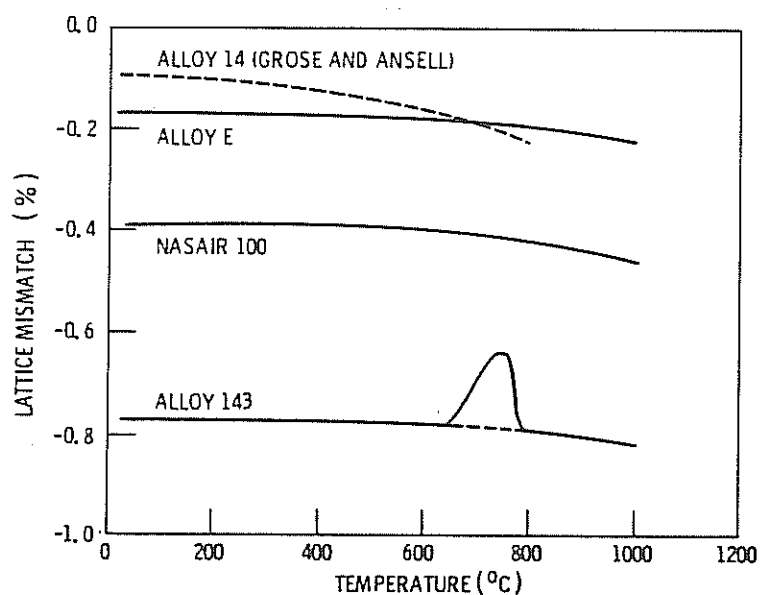


Figure III-6 : Evolution de l'écart paramétrique avec la température dans l'alliage 14 étudié par Grose et Ansell (53) ainsi que dans les alliages E, 143 et NASAIR 100 étudiés par Nathal et coll (54).

2) INTERACTION TEMPERATURE/COMPOSITION

Dans le système Ni-Cr-Mo-Al-Ti, Grose et Ansell (53) ont mesuré pour la plage de température 20°C-800°C des coefficients de dilatation compris entre $1,48$ et $1,74 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$ pour la phase γ , et entre $1,22$ et $1,42 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$ pour la phase γ' sous forme de précipités extraits.

Dans le cas des alliages étudiés par Nathal et Coll. (54), ces coefficients étaient plus faibles, variant de $1,22$ à $1,47 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$ et de $1,2$ à $1,44 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$ pour respectivement γ et γ' .

Des différences sur le taux de décroissance de δ en fonction de la température existent également : on peut séparer des alliages à forte décroissance parmi lesquels figurent ceux de Grose et Ansell (décroissance comprise entre 3 et $12 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ vers 600°C) (53) ainsi que les alliages U-700, AM1, 210-Nb, Mar M 200, CMSX-2 pour lesquels $\Delta = \delta_{20^\circ\text{C}} - \delta_{1050^\circ\text{C}} > 3 \times 10^{-3}$, d'alliages où δ varie moins : NASAIR 100 ($\Delta = 2,5 \times 10^{-3}$) ou quasiment pas : alliage 143 (54) $\Delta \approx 0,5 \times 10^{-3}$).

Plusieurs travaux (53, 76) ont montré que l'addition de Mo conduisait à une diminution de α^γ , et que celle de Ti réduisait $\alpha^{\gamma'}$. Leurs auteurs suggèrent que ces diminutions peuvent être attribuées au remplacement des éléments à coefficient de dilatation élevé, Ni, Cr dans γ et Al dans γ' par des éléments se dilatant moins, Mo ou Ti.

Nous avons tenté de prédire les différences de valeurs de α^γ et $\alpha^{\gamma'}$ constatées suivant les alliages - en calculant des coefficients de dilatation par une loi de mélanges à partir des coefficients des éléments purs - en calculant une "température de fusion moyenne" à partir des températures de fusion de chaque élément : pour la plupart des métaux, le coefficient de dilatation est approximativement inversement proportionnel à sa température absolue de fusion (53, 76). Dans les deux cas, les estimations de composition de γ et γ' à basse température ont été utilisées (annexe IV).

Ces calculs n'ont cependant pas permis de discerner les différences de propriétés des divers matériaux ou de leurs phases. Comme le suggèrent Morrow

et coll. (76), il est probable que les différents constituants d'une phase interagissent et que la contribution d'un élément dont les atomes ont pour voisins des atomes d'une autre espèce diffère de celle correspondant à l'élément à l'état pur.

Nous nous bornerons donc à une interprétation qualitative et analyserons cas par cas les compositions précitées, indiquées au tableau III-3 pour celles de la littérature, en utilisant les hypothèses suivantes :

- 1°) - les éléments Mo et W abaissent le coefficient de dilatation de γ .
Dans les alliages sans Ti, Nb ou Ta, où le molybdène entre à des teneurs voisines dans γ et γ' (76), cet élément abaisse également $\alpha\gamma'$.
- 2°) - Les éléments W, Ti, Nb et Ta diminuent le coefficient de dilatation de γ' .
- 3°) - Dans le système Ni(Co)-Cr-Al, δ décroît fortement avec la température.

i) Alliages Ni-Cr-Mo-Al-Ti de Grose et Ansell (53) représentés par l'alliage 14 dans le tableau III-3 : la décroissance forte de δ avec la température peut paraître surprenante dans certains de ces alliages fortement chargés en Mo ($\approx 8\%$ en poids), mais soit cet élément est présent dans des alliages sans Ti comme l'alliage 14 et contribue alors à la diminution des coefficients de dilatation des deux phases, soit elle est associée à la présence de Ti qui abaisse $\alpha\gamma'$.

ii) U-700 : les effets respectifs sur $\alpha\gamma$ et $\alpha\gamma'$ des teneurs élevées en Mo et Ti se compensent et la décroissance de δ est forte.

iii) Alliages AM1, 210-Nb, Mar M 200, CMSX-2 : d'après les estimations décrites en annexe IV, les phases γ de ces alliages devraient contenir entre 3,5% et 4,5% at. de Mo+W alors que leurs

phases γ' contiendraient entre 7,1 et 9% at de W+Ti+Nb+Ta. Des coefficients de dilatation amoindris par rapport au système Ni-Co-Cr-Al sont à attendre pour les deux phases et δ décroît fortement comme dans ce système.

iv) Les alliages NASAIR 100, E et 143 (54) (tableau III-3). Ces alliages se distinguent des précédents par un rapport((Mo+W) dans γ / (W+Ti+Nb+Ta) dans γ') plus élevé. Par exemple dans le NASAIR 100, $(W+Mo)_\gamma = 6,3\%$ at. et $(W+Ti+Nb+Ta)_{\gamma'} = 5\%$ At. La contribution à l'abaissement de α^γ est donc plus forte et la décroissance de δ est faible. Les coefficients de dilatation des deux phase sont faibles comme dans iii).

Ainsi, les hypothèses quant au rôle d'éléments d'addition sur les coefficients de dilatation des phases γ et γ' des alliages envisagées permettent-elles une interprétation qualitative des différences constatées, tant pour les coefficients de dilatation que pour les taux de variation de δ avec la température.

Il serait cependant hasardeux de prédire précisément, pour une composition, la valeur de δ à haute température à partir de celle mesurée à l'ambiante, tant que l'on ne dispose pas de données suffisantes sur l'effet des éléments d'alliage sur les coefficients de dilatation des phases γ et γ' .

III-C.3. EFFET DE MODIFICATIONS DE COMPOSITION SUR L'ECART PARAMETRIQUE A HAUTE TEMPERATURE

1°) COMPARAISON ENTRE MESURES ET CALCUL :

Parmi les alliages de l'étude, dont les compositions diffèrent notablement, existent des couples de nuances pour lesquels les teneurs en éléments d'alliage ne diffèrent que faiblement, ou pour un faible nombre d'éléments.

Ainsi, la nuance 211 est déduite de la nuance 221 par un appauvrissement de 0,9% poids de Ti, le 210-Nb est déduit de l'AM1 par une substitution sur une base atomique de 1% poids de Nb à une part de l'aluminium et du tantale.

ALLIAGE	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta
14 (53)	-	14,9	4,9	-	7,1	-	-
143 (54)	-	-	9,2	-	13	-	2,06
E (54)	5,1	9,7	0,4	3,2	11,5	1,71	0,98

TABLEAU III-3 : Composition atomique d'alliages étudiés par Grose et Ansell (53) ou Nathal et coll. (54).

ALLIAGE	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	% at. Al+Ti +Nb+Ta	δ 1050°C $\times 10^3$
211	8	7	2	5	5	0,9	1	8	15,69	- 1
221	8	7	2	5	5	1,8	1	8	16,79	- 2,3
AM1	6,5	7,5	2	5,5	5,3	1,2	-	8	16,00	- 3,5
210-Nb	6,5	7,5	2	5,5	5,2	1,2	1	7	16,06	- 3,5
CMSX-2	5	8	0,5	8	5,5	1	-	6	15,45	- 3
CMSX-2'	5,2	7,4	0,5	7,3	5,3	0,2	-	7,7	14,75	≈ 0
01	-	6	2	-	5	-	-	7	13,01	+ 3,7
01 + Al	-	6	2	-	6	-	-	7	14,98	+ 2,3

TABLEAU III-4 : Rappel des compositions et de l'écart paramétrique à haute température de certains des alliages de l'étude.

Pour les alliages O1 et O1+Al, seule la concentration en Al, respectivement 5 et 6% poids diffère. Enfin, dans le cas du CMSX-2 et du CMSX-2', les variations de composition, de relativement faible amplitude, affectent de plus nombreux éléments. Le dernier de ces alliages est enrichi en Ta au détriment d'Al et Ti et les teneurs en Cr et W sont légèrement abaissées.

Les compositions de ces alliages sont rappelées au tableau III-4, où l'écart paramétrique à 1050°C mesuré pour chacun de ces alliages est également indiqué.

On remarque qu'exception faite du couple AM1/210-Nb, les variations de valeur de δ à l'intérieur des autres couples ne sont pas négligeables, allant d'environ $1,3$ à 3×10^{-3} .

A l'aide de la méthode décrite en annexe IV, il est possible d'estimer les variations de paramètres des phases γ et γ' et celle de δ , résultant de modifications de composition.

Si les multiples sources d'erreurs, ie. incertitude sur les coefficients de partition des éléments entre γ et γ' , sur $f_v^{\gamma'}$ et sur les coefficients de Vegard, nous inclinent à proscrire des comparaisons d'alliages dont la chimie diffère notablement, des estimations pour les couples sélectionnés nous ont paru être moins sujettes à caution. Le tableau III-5 indique les variations de composition des phases γ et γ' mesurées pour le couple 211/221 et estimées pour les autres couples alors que le tableau III-6 contient les comparaisons entre variations de δ mesuré et estimé.

Nous nous intéresserons tout d'abord aux couples 211/221 et O1/O1+Al. Les différences entre les alliages de ces deux couples tiennent uniquement dans la teneur d'un élément γ' -gène, Ti dans le premier cas et Al dans le deuxième, l'alliage 1 de chaque couple étant le moins chargé en cet élément. Al comme Ti influent par ailleurs relativement peu directement sur les paramètres de maille (voir annexe IV).

La plus faible fraction volumique de phase γ' de l'alliage 1 a pour effet principal d'augmenter dans γ' les concentrations en éléments fortement

ALLIAGE (1)/(2)	$f_v^{\gamma'} (\%)$ à 1050°C (1)/(2)	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta
211°/221°	63 ⁺ /68 ⁺	-0,04	-1,65	-0,08	-0,44	-0,03	-0,36	0,02	0,31
		0,23	-0,12	-0,03	0,03	-0,57	-1,34	0,19	0,59
AM1 / 210-Nb	65 ^x /65 ^x	-	-	-	-	0,22	-	-0,42	0,15
		-	-	-	-	0,29	-	-0,78	0,44
CMSX-2' / CMSX-2	55 ^x /62.5 ⁺	-0,02	-3,33	-0,05	-0,36	0,13	-0,46	-	0,35
		-0,01	-0,53	-0,01	-0,23	0,23	-1,29	-	1,03
01 / 01+Al	20 ^x /38 ^x	-	-1,79	0	-	-0,52	-	-	0,34
		-	-0,28	0	-	-0,94	-	-	1,01

TABLEAU III-5 : Variation de composition (%at₁ - %at₂) des phases γ et γ' pour chacun des quatre couples d'alliages sélectionnés.

γ
γ'

$f_v^{\gamma'}$: + mesure , x estimations
composition γ/γ' : % analyse X EDS/STEM

Alliage 1	Alliage 2	Différence d'écart paramétrique à 1050°C	
		$\delta(1) - \delta(2)$ Mesure $\times 10^3$	Calcul $\times 10^3$
211	221	1,3	1,4
AM1	210-Nb	0	0,1
CMSX-2'	CMSX-2	3	2
01	01 + Al	1,4	1,5

TABLEAU III-6 : Comparaison entre différence d'écart paramétrique mesurée et calculée à 1050°C.

γ' -gènes Nb et Ta, et parallèlement, vu la plus forte fraction de phase γ , de diminuer dans γ les teneurs en éléments γ -gènes Cr, Mo et W. Le paramètre cristallin de la phase γ de l'alliage 1 tendra ainsi à être plus faible, et celui de la phase γ' plus grand. Une valeur de δ algébriquement plus grande que celle de l'alliage 2 est à attendre.

Dans le cas du couple CMSX-2'/CMSX-2, la différence d'écart paramétrique tient à plusieurs facteurs allant dans le même sens : le CMSX-2' possède comme pour les couples précédents une teneur en éléments γ' -gènes plus faible, et donc une fraction de phase γ' moins importante. De plus, la teneur en Ta, élément γ' -gène dilatant fortement le réseau γ' est augmentée, alors que celles en Cr et W sont abaissées ce qui conduit à une dilatation moindre du réseau γ .

Les compositions calculées des alliages AM1 et 210-Nb ne diffèrent que pour les éléments Al, Nb et Ta. Pour les deux derniers éléments, les différences se compensent conduisant à des écarts paramétriques très voisins.

Comme le montre le tableau III-6, pour les quatre couples d'alliages sélectionnés, l'accord entre les différences d'écart paramétrique calculées et mesurées est bon. Ainsi, même si des inexactitudes relatives aux coefficients de partition et au mode d'estimation de $f_v^{\gamma'}$ ne sont pas exclues, et si les coefficients de Vegard à 1050°C peuvent différer de ceux à 20°C que nous avons utilisés, la méthode dont nous nous sommes servis permet de rendre compte du sens dans lequel évolue δ lors de légères modifications de composition et également de l'ordre de grandeur de sa variation.

2) Contribution de chaque élément d'alliage aux variations de δ

Afin d'estimer quantitativement l'effet de variations de concentration en divers éléments d'alliage sur l'écart paramétrique, nous avons calculé en annexe IV la fraction volumique de phase γ' à 1050°C et la composition des phases γ et γ' d'alliages légèrement modifiés par rapport à l'AM1.

Le tableau III-7 indique les variations de δ par rapport à l'AM1. Une variation de δ peut être induite directement à $f_v^{\gamma'}$ constant. C'est ce qui se

ALLIAGE	AM1	AM1-6,5Cr	AM1-1Mo	AM1-5W	AM1-5Al	AM1-0,8Ti	AM1-7Ta
$f_v^{\gamma'} \text{ } 1050^\circ\text{C}$	65	65	63	64	58	60	61
$\delta \text{ } 1050^\circ\text{C}$ $-\delta_{\text{AM1}} (10^{-3})$	0	+ 0,9	+ 1,7	+ 0,4	+ 1,4	+ 0,8	+ 0,5

TABLEAU III-7 : Ecart calculé entre l'écart paramétrique à 1050°C de l'AM1 et de quelques variantes (calcul : annexe IV)

	ségrège vers	Incrément δ		$f_v^{\gamma'}$	a_γ	$a_{\gamma'}$	δ variation algébrique
		$10^{-3}\%at^{-1}$	$10^{-3}(\%pds)^{-1}$				
Co	γ	-	-	-	-	-	-
Cr	γ	0,8	0,9	-	↑	-	↓
Mo	γ	2,7	1,7	↑	↑ ↑	↑ ↑	↓ ↓
W	γ	2,7	0,9	↑	↑ ↑	↑ ↑	↓
Al	γ'	2	4,6	↑ ↑	↑	-	↓ ↓
Ti	γ'	1,6	2	↑ ↑	↑ ↑	↑	↓ ↓
Nb, Ta	γ'	1,5	0,5	↑ ↑	↑ ↑	↑ ↑	↓

Tableau III-8 : Représentation de l'effet sur l'écart paramétrique de variations des teneurs en éléments d'alliage, l'alliage de référence étant l'AM1.

passer pour le chrome et dans une moindre mesure pour Mo qui ne contribue que légèrement à la formation de γ' . Ces éléments auront essentiellement un effet sur le paramètre de maille de γ .

Elle peut également être induite indirectement, par une modification de la fraction volumique de phase γ' . Une augmentation de phase γ' provoquera dans γ' une baisse des teneurs en éléments γ' -gènes qui dilatent le réseau γ' (Ti, Nb, Ta) et au contraire un enrichissement de γ en éléments γ -gènes dilatant cette phase (Mo, Cr, W). S'ensuivra une valeur algébriquement plus faible de δ . Les éléments Al et Ti peuvent être rangés dans cette catégorie.

Enfin, le tungstène, le niobium et le tantale agissent à la fois directement en dilatant fortement les réseaux des phases où ils interviennent et indirectement, par une modification de $f_v^{\gamma'}$.

L'action de chaque élément sur l'écart paramétrique à 1050°C est schématisée au tableau III-8, sur la base des calculs de composition d'alliages variantes de l'AM1. Exception faite du cobalt pour lequel aucun effet sur δ n'est attendu, l'accroissement de la concentration des autres éléments d'alliage se traduit par une diminution algébrique de δ .

Sur une base atomique, les éléments Al, Mo et W ont un effet comparable et fort ($> 2 \times 10^{-3} \% \text{ at}^{-1}$), alors que Ti, Nb et Ta ont un effet moindre dû à des actions contradictoires sur $f_v^{\gamma'}$ et sur le paramètre de γ' . La contribution relativement faible du chrome conduit malgré tout à une variation de δ de $1,35 \times 10^{-3}$ dans la fourchette préférée (6,5-8% poids) du brevet protégeant l'AM1 (8).

Sur une base pondérale, les effets les plus forts sont dans un ordre décroissant dûs à Al, Ti, Mo, Cr, W, Nb et Ta et peuvent être représentés par l'équation :

$$\Delta\delta = -10^{-3} (4,6\Delta\text{Al} + 2\Delta\text{Ti}, 1,7\Delta\text{Mo} + 0,9(\Delta\text{Cr} + \Delta\text{W}) + 0,5(\Delta\text{Nb} + \Delta\text{Ta}))$$

les variations de concentration étant exprimées en poids.

Le fait qu'un accroissement de fraction volumique de phase γ' conduise à une décroissance algébrique de δ à haute température n'a, à notre connaissance, pas été signalé jusqu'à ce jour et est un résultat intéressant.

Il permet d'expliquer que si les écarts paramétriques d'alliages base nickel à fraction volumique faible ou intermédiaire ($< 60\%$ à 1050°C) peuvent être des deux signes suivant la composition, parmi les alliages plus chargés en phase γ' , aucune composition dont l'écart paramétrique à haute température soit positif ne puisse être recensée, tant dans cette étude que dans les travaux de Nathal et coll. (54).

Ce résultat a une autre conséquence importante : si l'on souhaite obtenir un matériau dont l'écart paramétrique à haute température ait une valeur précise, l'on ne peut pas doser les teneurs en éléments d'alliage le modifiant en ignorant les variations de la fraction volumique de phase γ' qui en résultera.

III-D. CONCLUSION

Dans ce chapitre, ont tout d'abord été présentées les techniques de mesure de l'écart paramétrique d'alliages base nickel biphasés γ/γ' .

Des deux techniques, diffraction de rayons X et observation de dislocations d'interface permettant des mesures à haute température, nous avons choisi la deuxième, qui paraissait la plus adaptée à une température aussi élevée que 1050°C, où elle permet de résoudre des amplitudes d'écart paramétrique δ aussi faibles que $\approx 10^{-3}$.

Le sens des mesures à température ambiante en fonction de l'état microstructural du matériau a été discuté. Si l'on cherche à obtenir un équilibre de basse température ($< 900^\circ\text{C}$), les mesures effectuées par DEFC donnent des résultats comparables à ceux obtenus par RX, cette première technique offrant des résolutions spatiales et sur δ très élevées. Une troisième technique, celle des franges δ , a été utilisée pour les alliages de cette étude. Elle permet de déterminer le signe de δ à température ambiante et lorsque les comparaisons sont possibles, ses résultats sont en accord avec les mesures par RX trouvées dans la littérature.

Les résultats des mesures de δ à température ambiante comme à 1050°C ont permis :

1) d'établir que pour tous les alliages de l'étude, δ décroît algébriquement entre 20°C et 1050°C. Ce résultat est en accord avec les travaux de Grose et Ansell (53) et Nathal et coll. (54). De plus, pour plusieurs alliages, δ change de signe entre les deux températures étudiées, ce qui n'avait semblait-il jamais été constaté expérimentalement jusqu'ici.

2) d'expliquer qualitativement le degré de variation de δ avec la température suivant les compositions, à l'aide des hypothèses suivantes :

- dans le système Ni-(Co)-Cr-Al δ , décroît fortement avec la température, de 3 à 12 $\times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ vers 600°C.

- les éléments Mo et W abaissent le coefficient de dilatation de la phase γ . Le molybdène, qui intervient à parts égales dans γ et γ' dans les alliages sans Ti, Nb ou Ta a un effect comparable sur la phase γ' .
- les éléments W, Ti, Nb et Ta diminuent le coefficient de dilatation thermique de γ' .

3) de modéliser l'effet de modifications de composition sur la valeur de δ à 1050°C d'un alliage. Le modèle interprète correctement les variations de δ mesurées et permet en outre les prévisions suivantes :

- à part le cobalt qui n'agit pas sur δ , l'augmentation de la teneur des autres éléments (Cr, Mo, W, Al, Ti, Nb) conduit à une décroissance algébrique de δ .
- deux modes d'action doivent être discernés - soit par modification de la composition d'une phase où un élément se répartit préférentiellement, à $f_v^{\gamma'}$ constant - soit par une modification de la fraction de phase γ' .
- l'augmentation de fraction volumique de phase γ' se traduit par une augmentation dans γ des concentrations en Cr, Mo, W dilatant cette phase et au contraire par une diminution de celles dans γ' des éléments Ti, Nb et Ta dont la présence dilate γ' . Il s'ensuit une décroissance de δ . Ceci contribue à expliquer que parmi les alliages conservant à haute température une fraction de phase γ' élevée ($f_v^{\gamma'} > 60\%$), l'on ne recense que des valeurs négatives de δ , alors que les deux signes sont observés pour les alliages à $f_v^{\gamma'}$ plus faible. Cela explique également que si l'on vise pour un matériau une valeur particulière de δ à haute température, un simple dosage des éléments ségrégeant vers γ et dilatant cette phase : Mo, W, Cr d'une part, et d'autre part de ceux ayant le même effet dans γ' ne suffit pas, car ces dosages n'agissent pas sur δ de façon indépendante de la fraction volumique de phase γ' .

CHAPITRE IV

COALESCENCE ORIENTEE DE LA MICROSTRUCTURE A HAUTE TEMPERATURE SOUS L'EFFET D'UNE CHARGE

IV-A TYPES DE COALESCENCE ORIENTEE OBSERVES

IV-A.1. PREMIERES MISES EN EVIDENCE

Les premières mises en évidence de changements de forme des précipités γ' dans les superalliages base nickel lors de maintiens sous charge à haute température datent de la fin des années soixante : sur des matériaux polycristallins, Webster et coll. (77, 78) observaient sur l'U-700 et Danesi et Donachie sur le B-1900 (79), que l'application à ces matériaux d'une contrainte uniaxiale à température élevée conduisait dans certains grains à des changements de forme de précipités γ' , alors que dans d'autres grains les morphologies restaient relativement inchangées. Ces changements de forme semblaient donc être liés à l'orientation des grains par rapport à l'axe de la contrainte.

Le développement des techniques de solidification unidirectionnelle (3, 4) puis monocristalline (5, 80) pour produire des matériaux résistants au fluage à haute température a contribué à stimuler les recherches sur l'évolution morphologique des précipités γ' lors de maintiens sous charge.

IV-A.2. MORPHOLOGIES OBSERVEES SUR DES MONOCRISTAUX

Les premières études de coalescence orientée dans des monocristaux ont été publiées par Tien et Copley (19, 20). Ces auteurs ont observé les changements de forme des précipités γ' dans des cristaux d'U-700 après exposition en fluage uniaxial pendant 100h à 954°C sous 155 MPa en tension ou en compression.

Lorsque l'axe de la contrainte est parallèle à la direction $[001]$, ces auteurs ont rapporté qu'une contrainte de traction conduisait à la formation de plaquettes de phase γ' normales à l'axe de traction (fig. IV-1a) alors qu'une contrainte de compression conduisait au développement de batonnets de phase γ' parallèles à la contrainte (fig. IV-1b) (19).

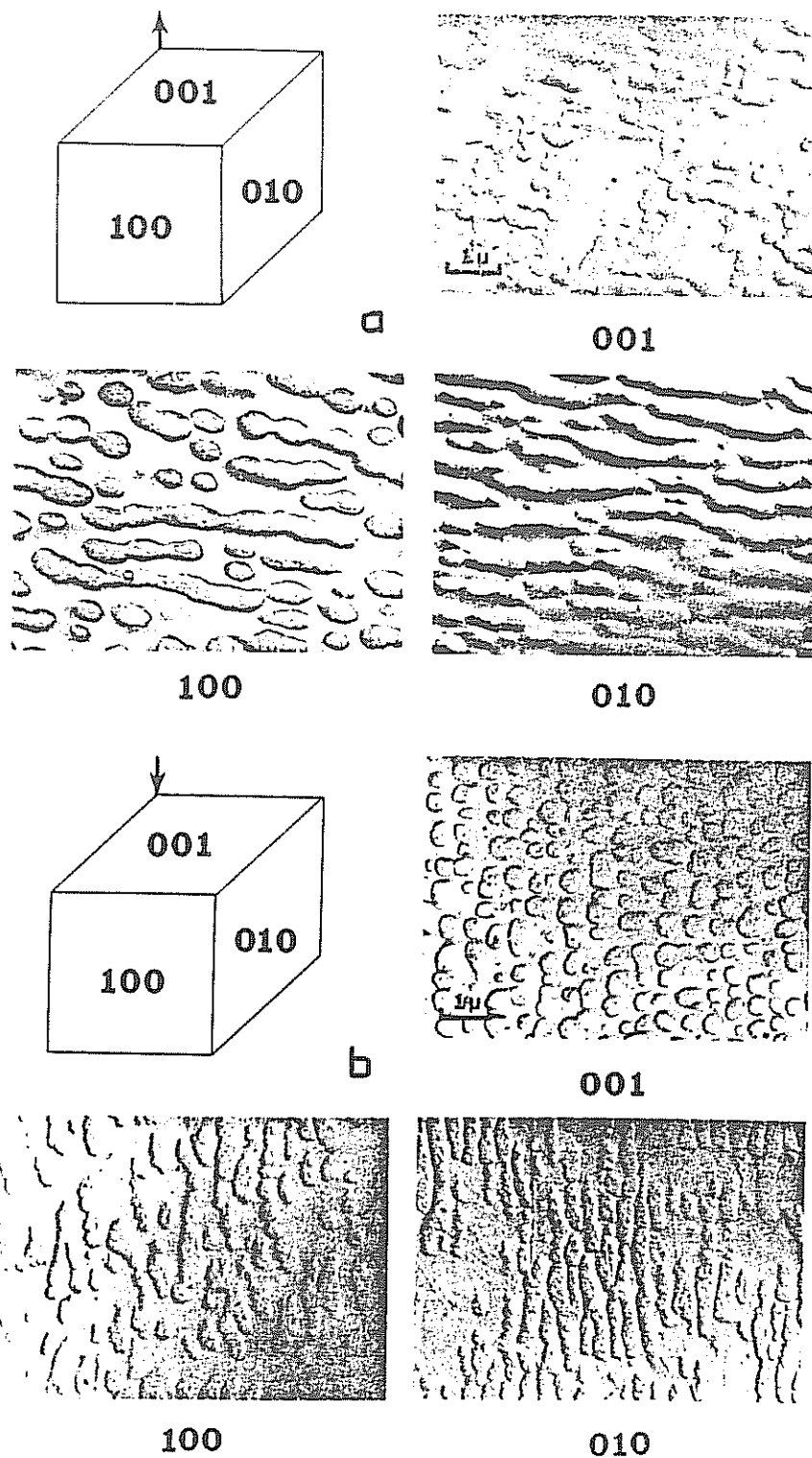


Figure IV-1 : Morphologies de coalescence observées par Tien et Copley dans des monocristaux d'U-700
($T=954^{\circ}\text{C}$, $\sigma=155\text{MPa}$, $t=100\text{h}$) (19)

a) Contrainte de tension; b) Contrainte de compression.

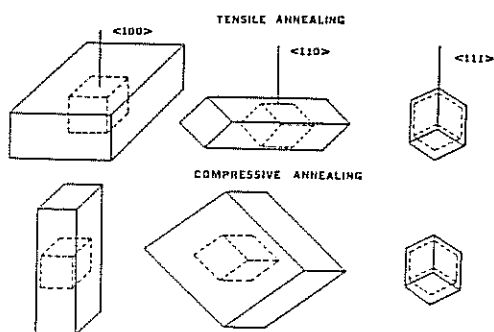
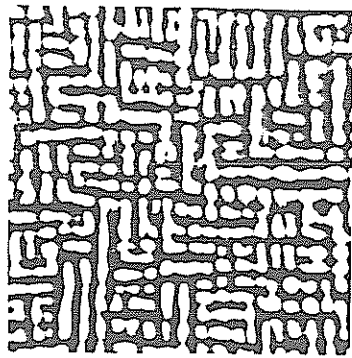
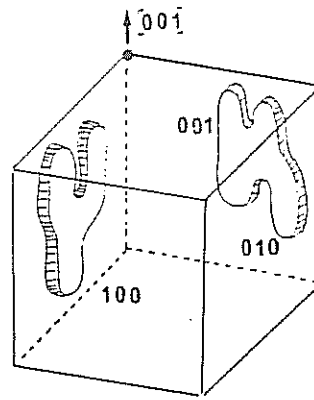


Figure IV-2 : Schéma montrant les morphologies de coalescence en fonction de l'orientation cristalline et du sens de la contrainte (20).



a/ Face (001)

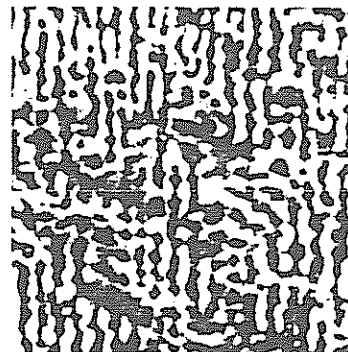


b/ Direction de sollicitation et orientation des plaquettes

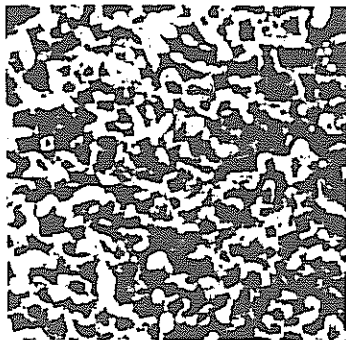
2 μ



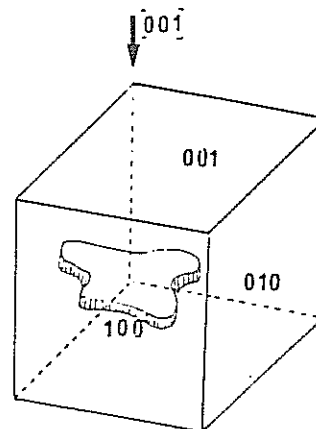
c/ Face (100)



d/ Face (010)

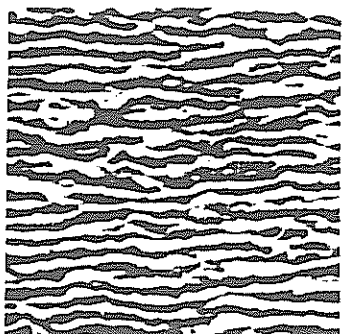


a/ Face (001)



b/ Direction de sollicitation et orientation des plaquettes

2 μ



c/ Face (100)

Figure IV-3 : Systèmes de plaquettes se développant dans des monocristaux [001] de l'alliage 01 (26)

a) Contrainte de tension, $T=850^{\circ}\text{C}$, $\sigma=200\text{MPa}$, $t=200\text{h}$

b) Contrainte de compression, $T=850^{\circ}\text{C}$, $\sigma=300\text{MPa}$, $t=240\text{h}$.

Les modifications de forme observées pour les orientations $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont schématisées à la figure IV-2 (20) : pour cette dernière orientation, l'exposition au fluage conduit à un simple grossissement des précipités cuboïdaux, comme lors d'un maintien en température sans contrainte; si la contrainte est appliquée suivant $[110]$, les précipités deviennent par coalescence des parallélépipèdes, allongés dans la direction $[001]$ dans le cas d'une traction, et avec la face la plus large dans le plan (001) dans le cas d'une compression.

Carry (26) a étudié sur l'alliage O1 que nous reprenons dans cette étude la coalescence orientée provoquée par le fluage à 850°C sous des contraintes comprises entre 200 et 350 MPa. Les orientations de la contrainte utilisées étaient $[001]$, $[217]$ et $[103]$ en tension et $[100]$ en compression.

Carry observe qu'au cours du fluage en tension, deux systèmes de plaquettes, dans les plans (100) et (010) , se forment si l'axe de la contrainte est parallèle à $[001]$ (fig. IV-3a). Une telle morphologie est comparable à celle observée par Tien et Copley (19) lors d'une sollicitation selon ce même axe, mais en compression. Les sections transversales des "batonnets" de Tien et Copley ont en effet tendance à être allongées selon les directions $[100]$ ou $[010]$ (fig. IV-1b). Pour une contrainte de compression selon $[001]$, Carry observe une morphologie analogue à celle rapportée par Tien et Copley pour une contrainte de tension, ie la formation d'un système de plaquettes normales à la contrainte (fig. IV-3b).

Il apparaît donc que l'exposition au fluage en tension de monocristaux $[001]$ puisse conduire à deux types de coalescence orientée de la microstructure : - la formation de plaquettes normales à l'axe de sollicitation, que nous nommerons dans la suite du texte type de coalescence N. L'U-700 obéit à ce comportement - la formation de batonnets parallèles à la contrainte ou de plaquettes parallèles aux plans (100) et (010) que nous nommerons type P. L'alliage O1 présente ce type de coalescence.

L'inversion du sens de la contrainte produit dans un alliage "type N" des morphologies de microstructures comparables à celles que connaît un alliage "type P" sollicité en tension, et vice versa.

Depuis les travaux de Tien et Copley (19, 20) et de Carry (26), de nombreuses recherches sur la coalescence orientée dans des monocristaux [001] d'alliages base nickel biphasés γ/γ' peuvent être recensés. Le type de coalescence N est le plus fréquemment observé. C'est le cas des alliages Mar M 200 (17), NASAIR 100 (38, 48), MMT 143 étudié par Pearson et coll (40, 81) et MacKay et coll. (82-84), CMSX-2 (14, 39, 75). Parmi les alliages à type de coalescence P, citons le binaire Ni-15% at. Al étudié par Miyazaki et coll. (85).

IV-A.3. EFFET DE LA TEMPERATURE

A une température de 760°C, nous observons dans des cristaux de CMSX-2 flués jusqu'à rupture sous 750 MPa ($t_r \approx 1200h$, $\epsilon_R = 18\%$) qu'un début d'accroissement latéral des précipités γ' s'est produit (fig. IV-4a) (14). La cinétique de coalescence est donc très lente à cette température et des temps élevés et/ou des déformations importantes sont requis pour provoquer une modification appréciable de la microstructure.

Pour des temps à rupture comparables entre eux, de l'ordre de 350h, et afin d'obtenir une microstructure comparable à celle illustrée à la figure IV-4a et caractéristique d'un début de coalescence, il faut pour le CMSX-2 à 950°C un temps de $\approx 70h$ et une déformation de 0,3% (fig. IV-4b) (75) alors qu'à 1050°C, pour l'alliage 221 un maintien sous charge de 1h avec une déformation de fluage quasi-nulle suffit (fig. IV-4c).

L'effet de la température sur la cinétique de coalescence orientée est donc certain. Si l'on souhaite observer des microstructures nettement coalescées au bout d'un temps de fluage n'excédant pas quelques centaines d'heures, une température de l'ordre de 850°C, ie celle retenue par Carry (26) semble devoir être atteinte ou dépassée.

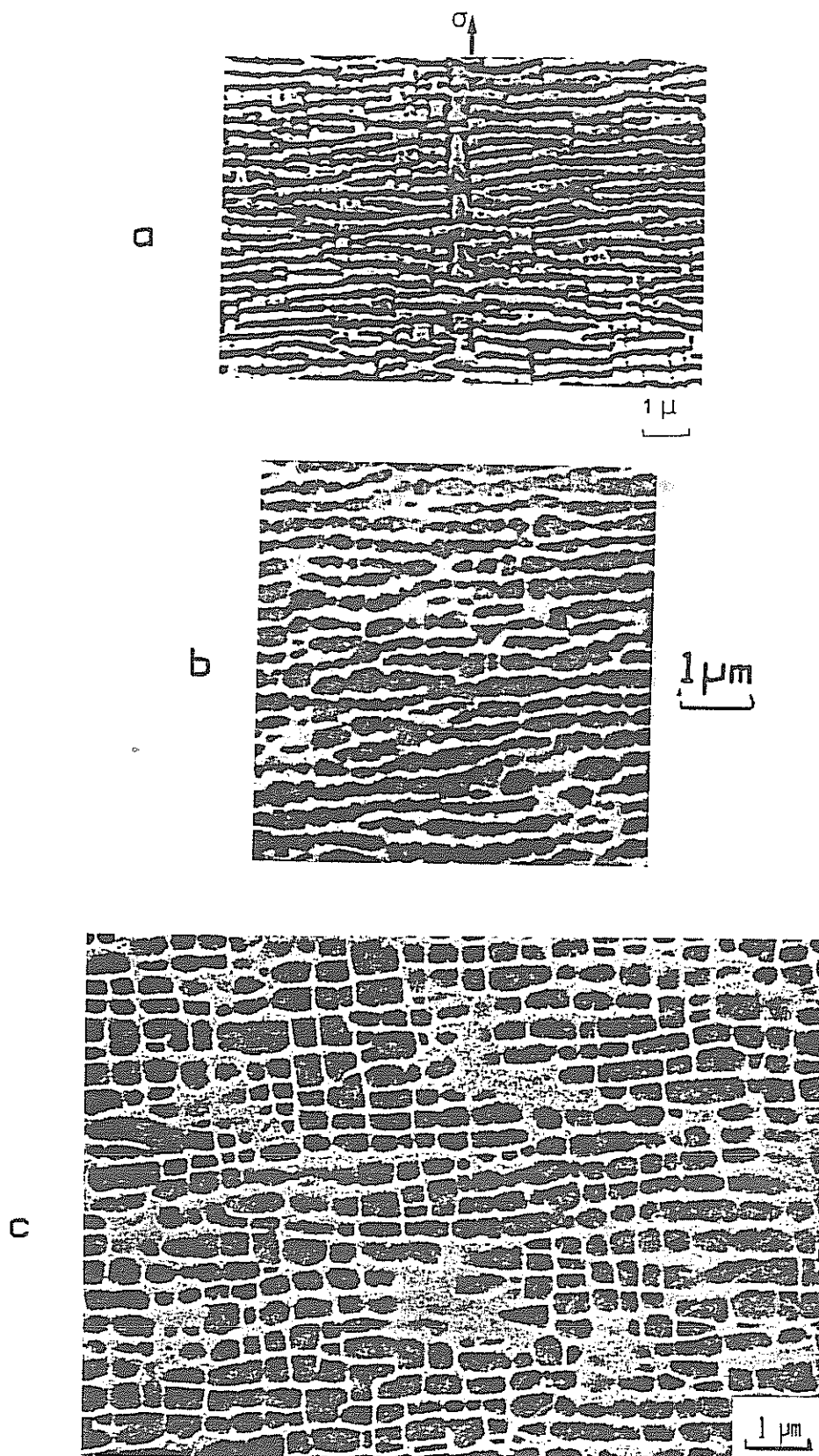


Figure IV-4 : Effet de la température sur la cinétique de coalescence orientée:
(observation par MEB de surfaces longitudinales)

a) 760 °C: Alliage CMSX-2, $\sigma=750\text{MPa}$, $t=1200\text{h}$, $\epsilon=18\%$ (14)

b) 950 °C: Alliage CMSX-2, $\sigma=240\text{MPa}$, $t=68\text{h}$, $\epsilon=0.3\%$ (75)

c) 1050 °C: Alliage 221, $\sigma=140\text{MPa}$, $t=1\text{h}$, $\epsilon=0.02\%$.

IV-A.4. MODELES EXISTANTS

Considérant que l'établissement d'une structure caractéristique de coalescence orientée ne nécessite pas nécessairement une déformation de fluage importante, plusieurs auteurs ont estimé qu'il était justifié de relier les morphologies de coalescence à des considérations d'énergie élastique.

Dans son traitement des inclusions élastiques et des inhomogénéités, dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire isotrope, Eshelby (86) distingue trois termes d'énergie élastique : le premier ($E_{inc.}$) est l'énergie d'inclusion en l'absence de contrainte appliquée et provient des champs élastiques créés par la présence de l'inclusion. Dans notre cas l'existence d'un écart paramétrique créera une telle énergie. Le deuxième terme est l'énergie d'interaction $E_{int.}$ entre les champs élastiques internes et ceux dus à l'application d'une contrainte extérieure. Le troisième terme enfin est l'énergie d'inhomogénéité $E_{inh.}$ créée lors de l'application d'une contrainte par des différences de constantes élastiques entre matrice et inclusion.

Le traitement d'Eshelby ne prévoit pas le cas où plusieurs inclusions se trouvent dans une même matrice et où leurs champs élastiques interagissent.

1) LE MODELE DE TIEN ET COPLEY

Tien et Copley (20) ont proposé un modèle qualitatif en envisageant trois types de formes de précipités : i) des sphères, représentatifs des précipités cuboïdaux des alliages base nickel. ii) des plaquettes de phases γ et γ' perpendiculaires à l'axe de la contrainte. iii) des batonnets de phase γ' parallèles à la contrainte.

Tien et Copley considèrent que les énergies d'inclusion de ces trois types de configuration sont équivalentes et ne s'intéressent qu'aux termes $E_{int.}$ et $E_{inh.}$. Selon ces auteurs, dont les hypothèses ne sont pas clairement précisées, trois facteurs gouvernent les changements morphologiques énergétiquement favorables : le rapport des modules d'Young des précipités et de la matrice $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$, le signe de l'écart paramétrique δ et le sens de la contrainte appliquée σ_a .

Le terme $E_{inh.}$ serait minimisé par des précipités sphériques si $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$ et par des plaquettes si $E_{\gamma'} < E_{\gamma}$. Le terme $E_{int.}$ dépend du signe du produit $(E_{\gamma'} - E_{\gamma}) \delta \sigma_a$. S'il est négatif, par exemple si une contrainte de tension est appliquée à un matériau à l'écart paramétrique positif et pour lequel $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$, la morphologie en plaquettes est favorisée alors que celle en batonnets minimise $E_{int.}$, si le produit est positif.

2) LE MODELE DE PINEAU

Un modèle quantitatif et mieux défini a été développé par Pineau (87). Faisant l'approximation d'un précipité ellipsoïdal dans une matrice infinie, Pineau évalue de façon quantitative, dans le cas d'une contrainte appliquée uniaxiale, les trois termes d'énergie élastique, à l'aide de la théorie des inclusions d'Eshelby (86).

Les formes de précipités envisagées sont la sphère (S), l'ellipsoïde aplati (P) perpendiculairement à la contrainte, et l'ellipsoïde allongé (N) dans le sens de la contrainte.

Les résultats du traitement de Pineau sont les suivants :

- la sphère est la plus stable si les modules élastiques des deux phases sont égaux.
- les domaines de stabilité de chacune des formes de précipités peuvent être représentés dans un graphe $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$, $\frac{\sigma}{\delta E_{\gamma}}$ (fig. IV-5). Schématiquement, si une contrainte modérée est appliquée et/ou dans le cas d'un écart paramétrique non nul, le signe de σ/δ détermine la plus grande stabilité de la plaquette ou de l'aiguille : si γ' est plus raide que γ , ie si $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$, la plaquette est stable lorsque $\sigma_a/\delta < 0$ et l'aiguille si $\sigma_a/\delta > 0$. La situation est inversée si $E_{\gamma} > E_{\gamma'}$. Sous une contrainte très élevée ou si l'écart paramétrique tend vers zéro, une différence de module élastique entre les deux phases peut amener une plus grande stabilité de la plaquette que de la sphère.

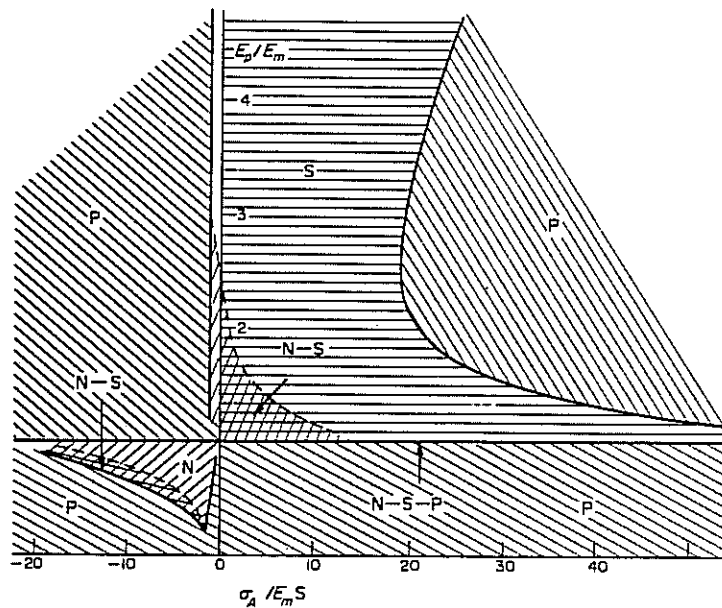


Figure IV-5 : Domaines de stabilité de diverses formes de précipités, d'après le modèle de Pineau (87). Les formes envisagées sont: -sphère (S), -plaquette perpendiculaire à la contrainte (P) -aiguilles parallèles à la contrainte (N)

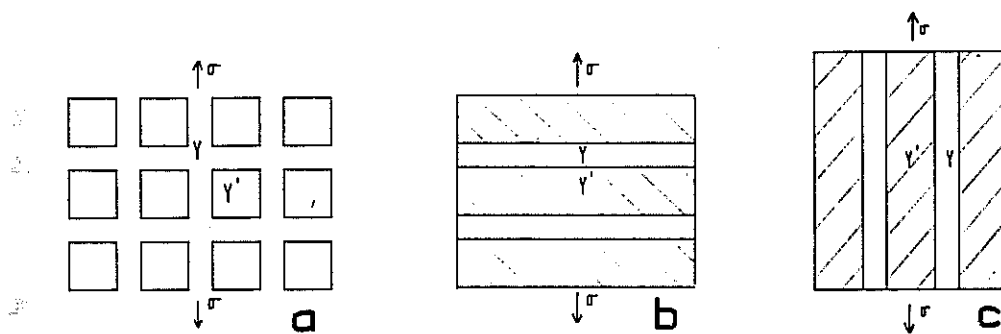


Figure IV-6 : Morphologies envisagées pour le calcul de module d'Young moyen:
a) Précipités γ' cubiques
b) Plaquettes perpendiculaires à la contrainte (type N)
c) Parallélépipèdes parallèles à la contrainte.

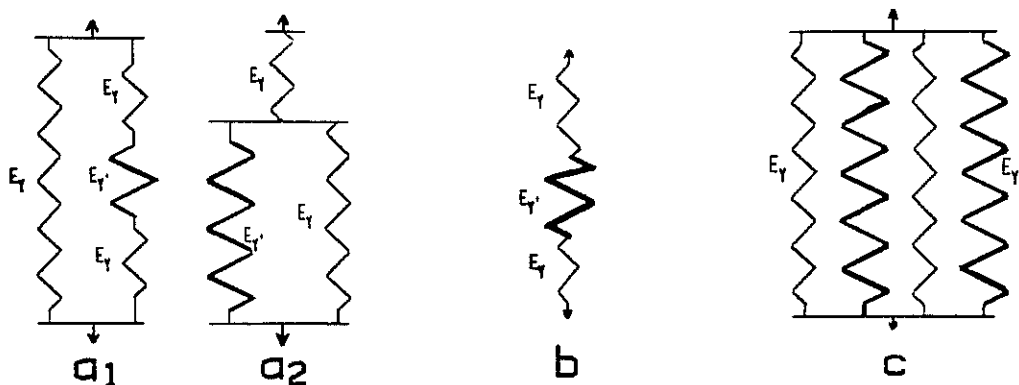


Figure IV-7 : Analogies sous forme de systèmes de ressorts
a₁ et a₂) Représentation des précipités cubiques
b) Représentation des plaquettes
c) Représentation des parallélépipèdes.

3) LE MODELE DE MIYAZAKI ET COLL.

Le modèle de Pineau a été étendu par Miyazaki et coll. (85) pour prendre en compte l'anisotropie élastique ainsi que la variation de l'énergie d'interface $\gamma-\gamma'$ avec la forme des précipités. Le calcul effectué par ces auteurs pour une contrainte appliquée selon $\langle 001 \rangle$ dans le cas où $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$ et pour un écart paramétrique de $\approx +5 \times 10^{-3}$ aboutit à prévoir une plus grande stabilité d'une plaquette (100) pour toute amplitude de contrainte appliquée comprise entre 0 et 150 MPa. Lorsque $\sigma > 0$ cette plaquette est parallèle à la contrainte alors que lorsque $\sigma < 0$ elle est perpendiculaire à la contrainte.

Si l'on admet la similitude de forme existant entre une aiguille et une plaquette toutes deux parallèles à la contrainte, ces résultats sont en accord avec les prédictions du modèle de Pineau (87) dans le cas d'une contrainte appliquée modérée (fig. IV-5).

Les autres formes envisagées par Miyazaki et coll. étaient une aiguille d'axe $\langle 100 \rangle$ parallèle ou perpendiculaire à la contrainte et une sphère. Alors que cela n'est pas mentionné explicitement par ces auteurs, le changement du signe de δ a le même effet que le changement de celui de la contrainte appliquée.

4) MODELE SIMPLE POUR LE CAS D'UN ECART PARAMETRIQUE NUL

Il est possible de développer à l'aide d'hypothèses très simples un modèle rudimentaire afin de prévoir la morphologie de coalescence stable pour un matériau à écart paramétrique nul soumis à une contrainte uniaxiale. Nous examinerons trois morphologies possibles, illustrées à la figure IV-6 : a) une distribution régulière de cubes de phase γ' dans une matrice γ - b) des parallélépipèdes γ' parallèles à la contrainte appliquée, dans une matrice γ - c) des plaquettes des phases γ et γ' perpendiculaires à la contrainte.

Tien et Copley (19) ont établi que la variation d'énergie libre ΔF_{12} d'un échantillon de volume V et de module d'Young moyen E , qui sous l'effet d'une contrainte uniaxiale σ_a subit une variation de module d'Young moyen ΔE s'écrit

$$\Delta F = \frac{V}{2} \sigma_a^2 \frac{\Delta E}{E (E + \Delta E)} \quad (\text{IV-1})$$

Une transformation qui produit un abaissement du module moyen conduit donc à une diminution de l'énergie libre.

Nous ferons une estimation des modules moyens des trois configurations retenues en utilisant des analogies sous forme de systèmes de ressorts (fig. IV-7).

La configuration en plaquettes correspond à un montage de ressorts en série (fig. IV-7b). Par analogie, nous écrirons que la contrainte est uniforme dans ce matériau et que la déformation moyenne est la moyenne de celles dans chaque phase, pondérée par leurs fractions respectives :

$$\sigma_a = E_Y \varepsilon_Y = E_{Y'} \varepsilon_{Y'} \quad (\text{IV-2})$$

$$\text{et } \varepsilon = u^3 \varepsilon_Y + (1-u^3) \varepsilon_{Y'} \quad (\text{IV-3})$$

$$\text{d'où le module d'Young moyen } \bar{E}_p = \frac{1}{\frac{u^3}{E_{Y'}} + \frac{1-u^3}{E_Y}} \quad (\text{IV-4})$$

où $u^3 = f_v^{Y'}$ est la fraction volumique de phase Y' .

La configuration en parallélépipèdes correspond à un montage de ressorts en parallèle (fig. IV-7c). Toujours par analogie, nous considérerons que la déformation est uniforme dans ce matériau et que la contrainte appliquée est la moyenne de celles que subissent chaque phase pondérée par leurs fractions respectives :

$$\bar{\varepsilon} = \varepsilon_Y = \varepsilon_{Y'} = \frac{\sigma_Y}{E_Y} = \frac{\sigma_{Y'}}{E_{Y'}} \quad (\text{IV-5})$$

$$\text{et } \bar{\sigma} = u^3 \sigma_{Y'} + (1-u^3) \sigma_Y \quad (\text{IV-6})$$

$$\text{d'où } E_B = u^3 E_{Y'} + (1-u^3) E_Y \quad (\text{IV-7})$$

La configuration régulière de cubes peut être modélisée de deux façons :
1 - par des couloirs de phase γ parallèles à la contrainte en parallèle avec des couloirs dans lesquels γ et γ' sont en série (fig. IV-7a₁).

$$\text{d'où } E_{c1} = u^2 E_m + (1-u^2) E_\gamma \quad (\text{IV-8})$$

où l'indice m se rapporte aux couloirs mixtes

$$\text{et avec } E_m = \frac{1}{\frac{u}{E_\gamma} + \frac{1-u}{E_\gamma}} \quad (\text{IV-9})$$

il vient

$$E_{c1} = E_\gamma \frac{E_\gamma (1-u + u^3) + E_{\gamma'} u (1-u^2)}{u E_\gamma + (1-u) E_{\gamma'}} \quad (\text{IV-10})$$

2 - par un montage en série entre plaquettes γ et plaquettes constituées de cubes γ' montés en parallèle avec une matrice γ (fig. IV-7a₂), d'où

$$E_{c2} = \frac{1}{\frac{u}{u^2 E_{\gamma'} + (1-u^2) E_\gamma} + \frac{1-u}{E_\gamma}} \quad (\text{IV-11})$$

A l'aide des équations IV-4 et IV-7, l'on obtient aisément le rapport

$$\frac{E_B}{E_p} = 1 + (f_{\gamma'} - f_{\gamma'}^2) \left(\frac{E_{\gamma'}}{E_\gamma} + \frac{1}{\frac{E_{\gamma'}}{E_\gamma} - 2} \right) \quad (\text{IV-12})$$

qui est strictement supérieur à 1 si les modules élastiques des deux phases diffèrent. La configuration en batonnets possède donc un module moyen supérieur à celui du matériau en plaquettes.

Nous avons comparé numériquement E_{c1}/E_p et E_{c2}/E_p pour des fractions allant de 0,01 à 0,80 et pour des valeurs de $E_{\gamma'}/E_\gamma$ comprises entre 0,5 et 2.

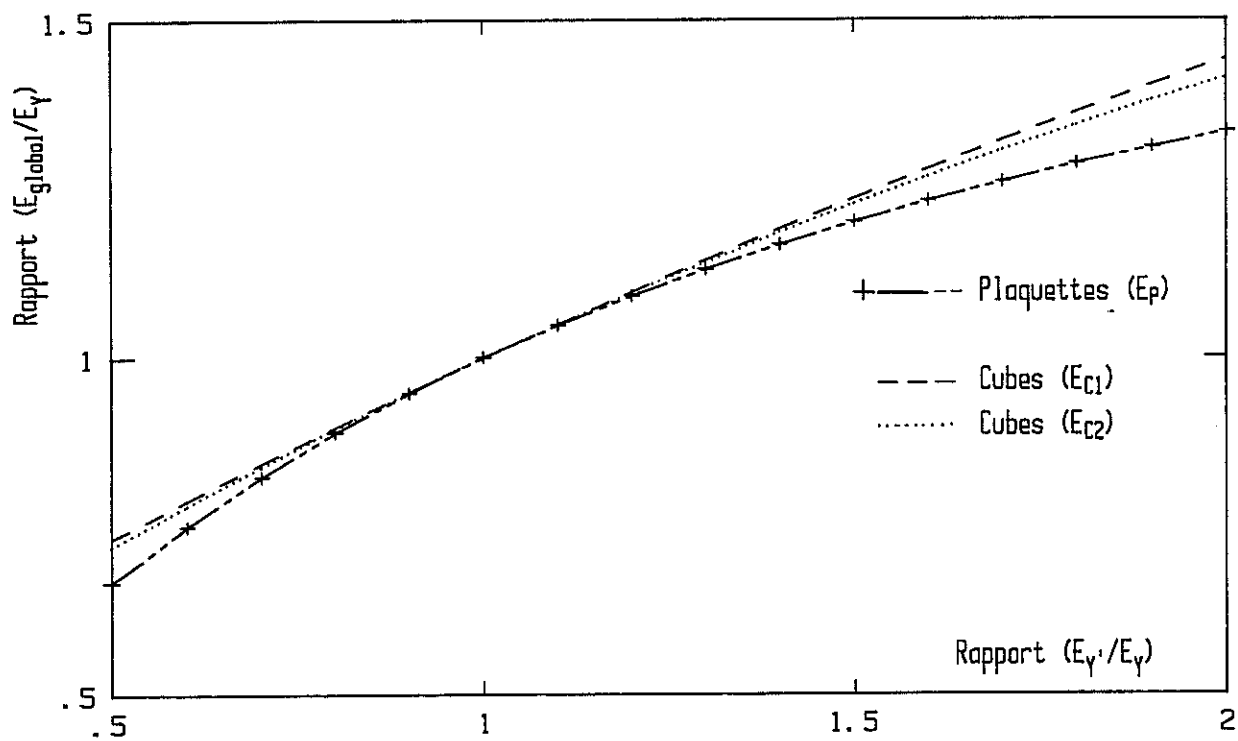


Figure IV-8 : Modules d'Young calculés pour la structure en plaquettes (E_p) et pour une structure comprenant des précipités cubiques (E_{c1} et E_{c2}) en fonction du rapport entre les modules des phases γ' et γ .

Ces rapports sont toujours supérieurs à 1 si les modules de γ et γ' sont distincts. La figure IV-8 indique la variation de ces rapports avec $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$ pour une fraction volumique de 50%.

Il est ainsi possible de prévoir à l'aide de ce modèle très simple que dans un matériau dont l'écart paramétrique est nul et dans lequel les modules d'Young des deux phases diffèrent, une configuration en plaquettes possède le module d'Young moyen le plus faible quel que soit le sens de la contrainte et devrait être favorisée énergétiquement.

IV-B RELATION ENTRE LE SIGNE DE L'ECART PARAMETRIQUE ET LE TYPE DE COALESCENCE ORIENTEE

IV-B.1. RESULTATS EXPERIMENTAUX

1) RECENSEMENT DES DONNEES

Nous recenserons pour les développement qui suivent deux types d'alliages :

- des matériaux pour lesquels des études de coalescence sous contrainte ont été publiés. Y figureront les alliages U-700, Mar M 200, NASAIR 100 et 01 retenus pour la présente étude ainsi que l'alliage Ni-15 at% Al étudié par Miyazaki et coll. (85) et le MMT 143 des travaux de Pearson et coll. (40, 81) et de MacKay et coll. (54, 82-84).

- des matériaux dont les observations de mode de coalescence sous contrainte sont propres à cette étude, ie alliages 020, 211, 221, AM1, 210-Nb, 01+Al, CMSX-2 et CMSX-2'. La coalescence orientée dans ce dernier alliage a également été étudié par Caron et Khan (39,88) et par Ayrault et Strudel (75).

Dans un premier temps, nous exposerons les conditions expérimentales dans lesquelles les morphologies de coalescence orientée des alliages du premier type ont été observées. Nous estimerons alors, lorsque cela est nécessaire, le signe de l'écart paramétrique δ aux températures utilisées pour les essais de fluage, à l'aide des résultats présentés au chapitre III.

Dans un deuxième temps, nous présenterons les morphologies de coalescence observées dans les alliages du deuxième type au cours du fluage en tension à 1050°C.

Enfin nous examinerons la relation entre le type de coalescence sous contrainte et le signe de δ à la température de l'essai de façon unitaire pour les deux types d'alliages.

a) Modes de coalescence rapportés dans la littérature

Le tableau IV-1 résume les modes de coalescence rapportés dans la littérature et les conditions de température et de contrainte correspondantes. Nous y avons également mentionné les écarts paramétriques mesurés à 1050°C.

Dans le cas des alliages U-700, Mar M 200 et Ni-15 at% Al, nous ne disposons pas de mesure de δ aux températures de fluage utilisées pour ces alliages. Les écarts paramétriques à 1050°C de ces 2 premiers matériaux sont tous inférieurs à -3×10^{-3} et les températures de fluage utilisées sont au plus de $\approx 150^\circ\text{C}$ inférieures à 1050°C. Si nous avons vu au chapitre III que δ décroît algébriquement avec la température, nous n'avons pas observé entre 20°C et 1050°C de décroissance supérieure à $\approx 5 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ce qui pour un intervalle de 150°C correspondrait à une variation de δ inférieure à 10^{-3} . Les écarts paramétriques des alliages U-700 et Mar M 00 sont donc certainement négatifs et inférieurs à -2×10^{-3} au-dessus de 900°C, température au-dessus de laquelle les observations de coalescence orientée ont été effectuées.

Miyazaki et coll. (85) rapportent pour le binaire Ni-Al une valeur de δ de $+5,6 \times 10^{-3}$ à 20°C. Le même raisonnement que plus haut nous amène à prévoir que la décroissance de δ entre 20°C et la température utilisée par Miyazaki et coll. (750°C) n'excèdera pas environ $3,5 \times 10^{-3}$. L'écart paramétrique demeurera donc positif à 750°C ($\geq +2 \times 10^{-3}$).

Ainsi les signes d'écart paramétrique indiqués au tableau IV-1 restent corrects aux températures utilisées pour les différents alliages.

b) Modes de coalescence à 1050°C dans les alliages propres à l'étude

Les morphologies de coalescence observées dans des monocristaux [001] des alliages 020, 211, 221, AM1, 210-Nb, CMSX-2, CMSX-2' et 01+Al après rupture en fluage en tension sont présentées à la figure IV-9. Y sont également indiquées les contraintes utilisées pour chaque matériau, qui varient de 70 à 140 MPa. Excepté l'alliage 01+Al qui coalesce selon le mode P, tous ces alliages ont une morphologie de coalescence de type N.

ALLIAGE	Température (°C)	Contrainte MPa	Mode de coalescence (T:tension C:Compression)	Ecart paramétrique à 1050°C x 10 ³
U-700 (19)	954	155	N ^T P ^C	- 4,4
Mar M 200 (17)	980	210	N ^T	-3,3
NASAIR 100 (48,49)	1000	148	N ^T P ^C	-5,5
MMT 143 (54,81)	982	234	N ^T	-8 à 1000°C
01 (26)	850	200-350	P ^T N ^C	+3,7
Ni-15at % Al (85)	750	147	P ^T N ^C	

TABLEAU IV-1 : Modes de coalescence observés dans les alliages pour lesquels des études de coalescence ont été publiées.

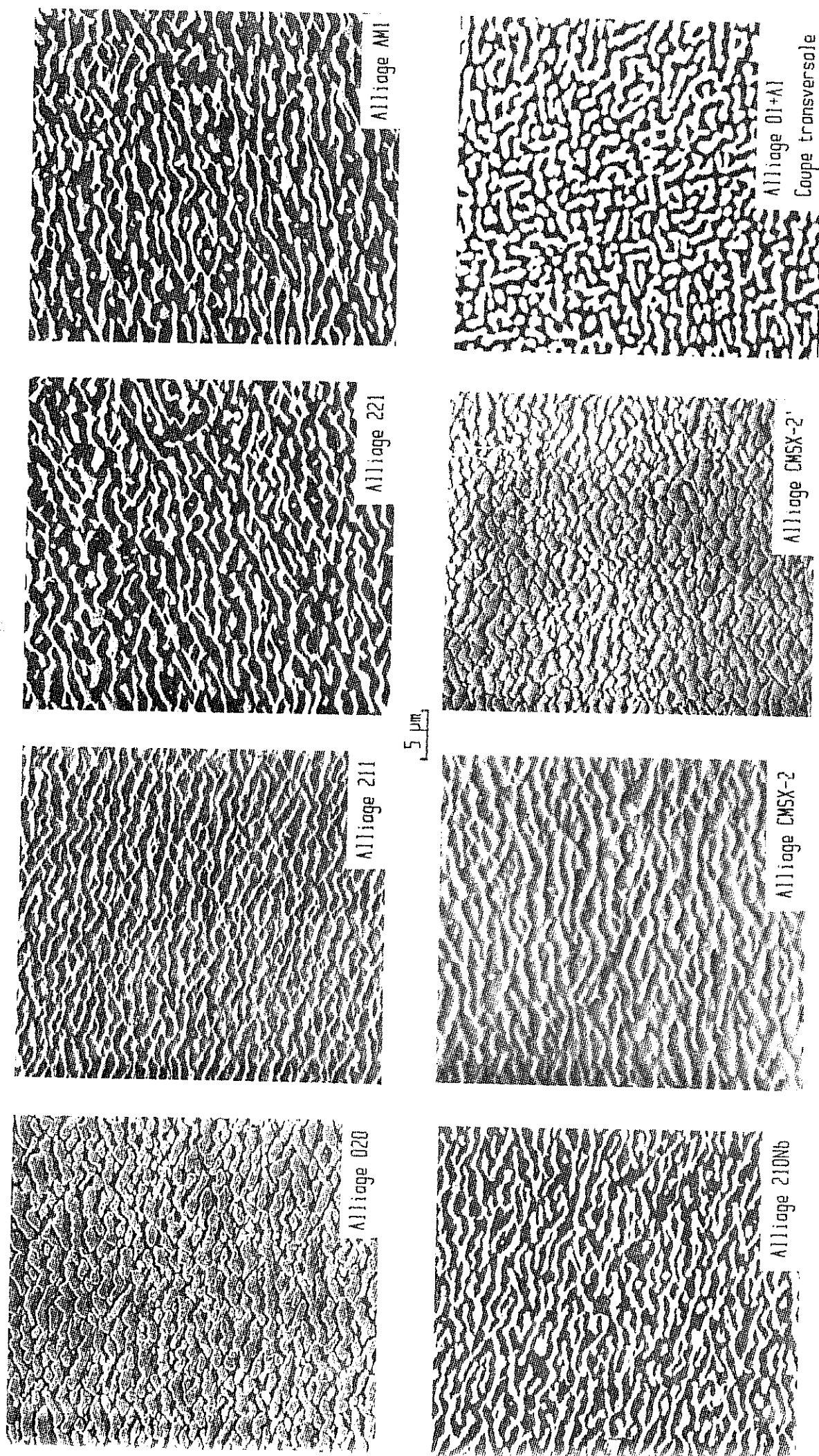


Figure IV-9 : Morphologies de coalescence observées après fluage en tension à 1050°C dans les alliages 020, 211, 221, AMI, 210Nb, CMSX-2, CMSX-2' et 01+Al. (Coupes longitudinales avec la contrainte verticale)

2) RELATION EXPERIMENTALE ENTRE MODE DE COALESCENCE ET SIGNE DE δ

La synthèse des données concernant le mode de coalescence sous contrainte de tous les matériaux envisagés dans le § IV-B-1, ainsi que les valeurs des écarts paramétriques de ces matériaux à 20°C comme aux températures de vieillissement sous contrainte est présentée au tableau IV-2.

Si nous considérons l'écart paramétrique aux températures de coalescence qui est celui à prendre en compte comme éventuelle force de coalescence orientée, les constatations suivantes peuvent être faites :

i) tous les alliages à écart paramétrique clairement négatif, coalescent selon le mode N s'ils sont sollicités en tension alors que tous ceux dont δ est clairement positif coalescent selon le mode P;

ii) dans les alliages U-700 (19), NASAIR 100 (89), O1 (26) et Ni-15 at% Al (85) pour lesquels les morphologies de coalescence sous contrainte de compression ont été étudiées, l'inversion du sens de la contrainte induit un changement de mode de coalescence. Notons toutefois que dans ces alliages $|\delta| > 2 \times 10^{-3}$;

iii) le cas de l'alliage CMSX-2' indique que la microstructure initiale formée de cuboïdes γ' alignés selon les axes $\langle 100 \rangle$ n'est pas stable en fluage en tension, même pour des amplitudes quasi-nulles de δ . Le mode de coalescence N observé dans cet alliage signifierait peut-être que lors d'une sollicitation en tension, le passage d'un mode de coalescence N à un mode P ne se produit pas pour une valeur strictement nulle de δ mais pour une valeur comprise entre 0 et $\approx 2 \times 10^{-3}$.

Si nous considérons maintenant l'écart paramétrique à température ambiante, la corrélation entre ce paramètre et le mode de coalescence est médiocre, ce qui souligne l'importance de la prise en compte des variations de δ avec la température. Une omission sur ce point a par exemple conduit Tien et Copley (19, 20) et Carry et coll. (17) à relier l'établissement d'une coalescence de type N lors d'une sollicitation en tension à un écart paramétrique positif.

ALLIAGE	Mode de coalescence lors du fluage en tension		Ecart paramétrique $\times 10^3$	
	Température (°C)	Mode	20°C	à la température de fluage
020	1050	N	> 0	$-1 < \delta < 0$
211	1050	N	> 0	≈ -1
221	1050	N	> 0	-2,3
AM1	1050	N	> 0	-3,5
210-Nb	1050	N	> 0	-3,5
U-700	954	N (P en compression)	≈ 1	$-4,4 < \delta < -3,4$
Mar M 200	980	N	> 0	$-3,3 < \delta < -2,3$
NASAIR 100	1000	N (P en compression)	-3	$-5,5 < \delta < -3$
MMT 143	750	N	-7,8	-8
CMSX-2	1050	N	+1,4	-3
CMSX-2'	1050	N		≈ 0 ou > 0
O1	850	P (N en compression)	$\approx +10$	$3,7 < \delta < 10$
O1 + Al	1050	P	$\approx +9$	+2,3
Ni-15at % Al	750	P (N en compression)	5,6	$2 < \delta < 5,6$

TABLEAU IV-2 : Relation entre le mode de coalescence sous contrainte et les valeurs de l'écart paramétrique à 20°C et à la température de fluage.

IV-B.2. COMPARAISON ENTRE OBSERVATIONS EXPERIMENTALES ET PREVISIONS DES MODELES

1) RECAPITULATION DES PREVISIONS DES MODELES

Tien et Copley (20), Pineau (87) comme Miyazaki et coll. (85) s'accordent sur l'importance du rapport des modules d'Young des deux phases $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$ pour la prédiction des morphologies stables énergétiquement.

Si ce rapport vaut un, aucun changement de forme des précipités γ' n'est attendu.

Si ce rapport est différent de un, deux cas de figure se présentent :

i) l'écart paramétrique est nul. Le modèle simple basé sur le module d'Young moyen comme le modèle de Pineau prévoient que la configuration en plaquettes perpendiculaires à la contrainte (type N) sera la plus stable, quelle que soit la valeur du rapport $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$.

ii) si l'écart paramétrique est non nul, l'on peut considérer schématiquement une deuxième contribution énergétique (20, 87). Si $E_{\gamma'}/E_{\gamma} > 1$, cette contribution favorise une morphologie de type P si $\sigma/\delta > 0$ et une morphologie de type N si $\sigma/\delta < 0$. Le cas inverse se produit si $E_{\gamma'}/E_{\gamma} < 1$.

La seconde composante énergétique l'emporte sauf pour les faibles écarts paramétriques où la prépondérance de la première favorise la morphologie N indépendamment des signes de δ et σ , et du rapport $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$.

Le tableau IV-3 indique les morphologies prévues en fonction de σ , δ et $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$.

2) MODULES D'YOUNG DES PHASES γ ET γ'

Afin de confronter leurs modèles respectifs avec l'expérience, Tien et Copley (19, 20) ainsi que Pineau (87) se sont référés aux mesures de modules d'Young effectuées par Armstrong et Brown (90) sur des polycristaux de Nickel

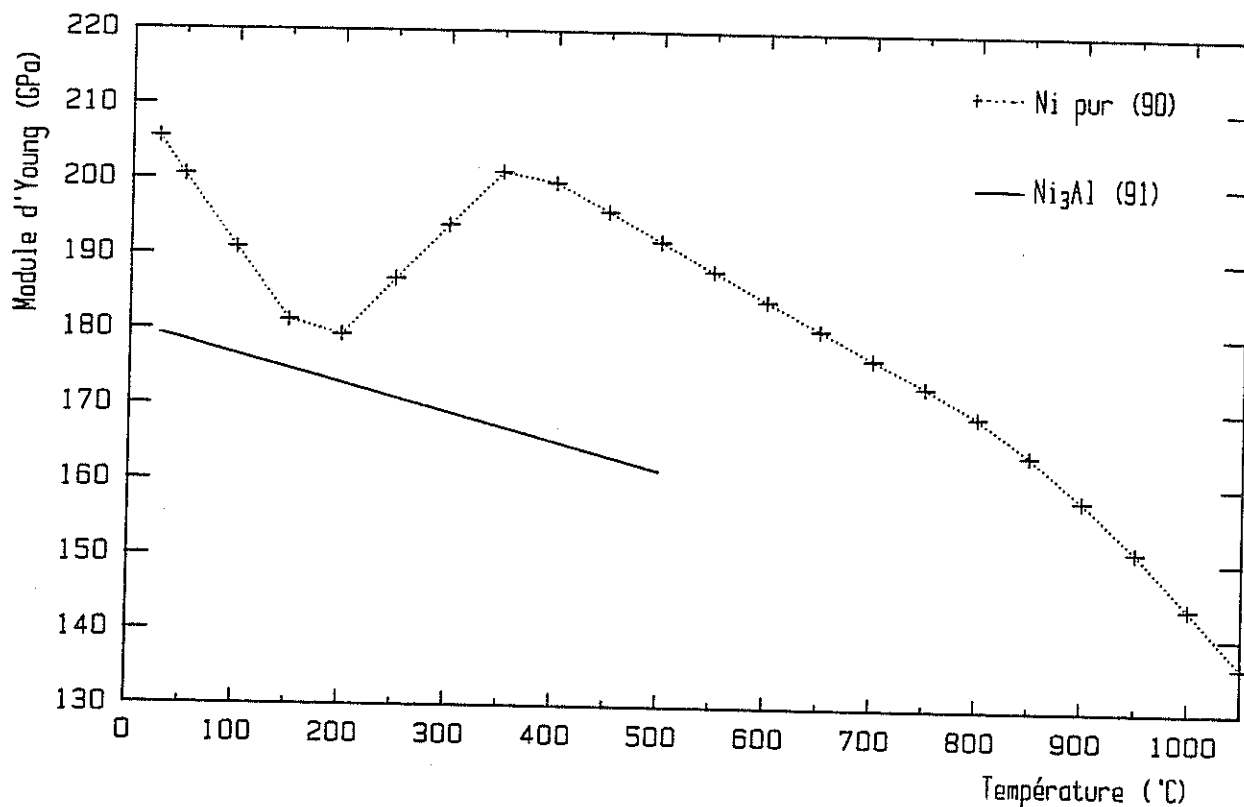


Figure IV-10 : Evolution avec la température des modules d'Young de polycristaux de nickel pur et de Ni₃Al.

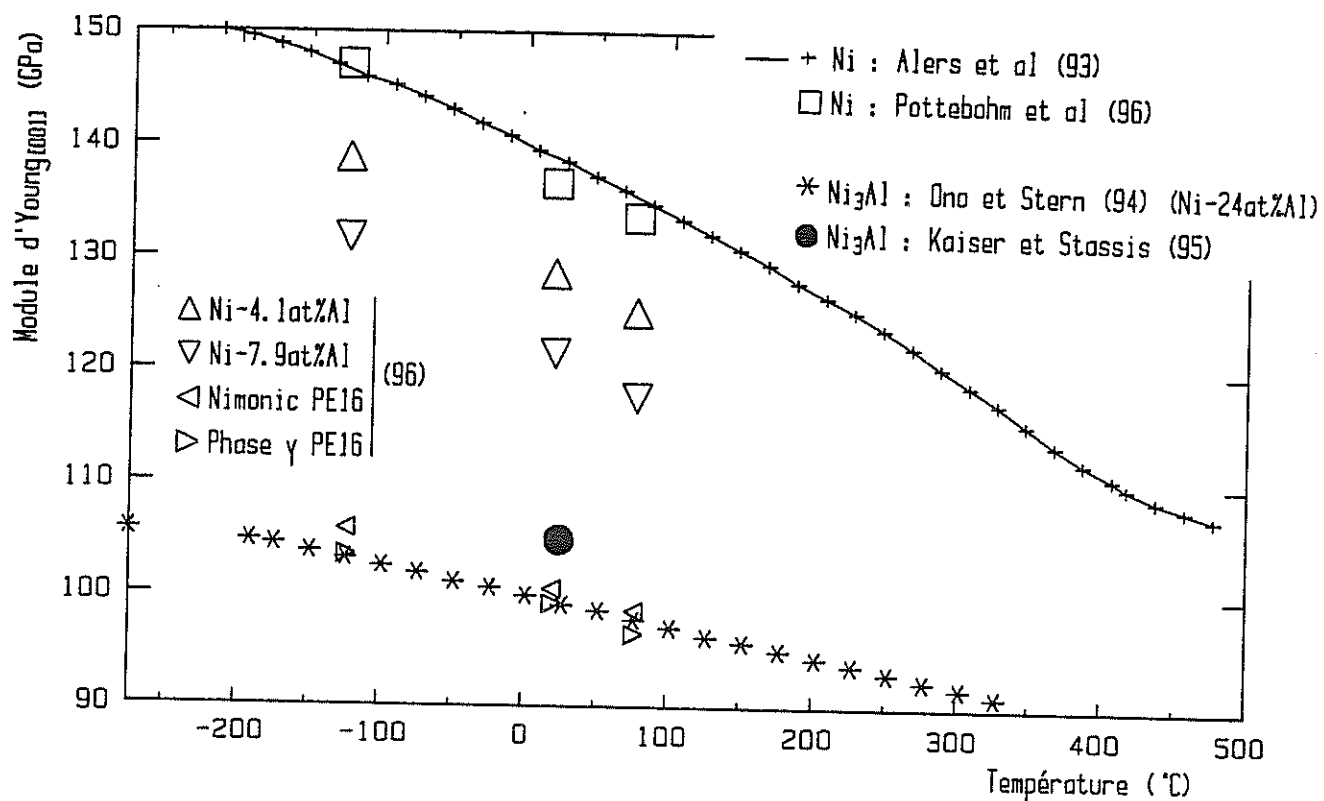


Figure IV-11 : Variation avec la température des modules d'Young de divers matériaux monocristallins sollicités selon la direction cristallographique [001].

entre 20°C et 1050°C et par Davies et Stoloff (91) sur Ni_3Al polycristallin stoechiométrique entre 20°C et 500°C (Fig. IV-10). Ces auteurs ont assimilé les phases γ et γ' de l'U-700 à respectivement Ni pur et Ni_3Al , et extrapolant à haute température, en ont conclu que le module d'Young de la phase γ y était plus élevé que celui de la phase γ' .

La forme particulière de la courbe établie par Armstrong et Brown (90) donnant le module d'Young du Nickel pur en fonction de la température est cependant sujette à caution : la brusque remontée du module d'Young au passage de la température de Curie du Nickel ($\approx 200^\circ\text{C}$) avant que se rétablisse une décroissance vers 350°C n'a pas été retrouvée par Pauwels qui a mesuré le module d'Young de Nickel électrolytique entre 20°C et 500°C (92). Il est probable que les mesures d'Armstrong et Brown (90) intègrent une interaction entre les propriétés magnétiques, qui se modifient à la température de Curie, et la méthode de mesure utilisée.

Néanmoins, quelle que soit la fiabilité des mesures, deux objections contre l'estimation du rapport $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$ d'un alliage base nickel à partir de données sur Ni et Ni_3Al polycristallins peuvent être avancées : i) le nickel comme Ni_3Al sont des matériaux fortement anisotropes avec des facteurs d'anisotropie $2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$ de respectivement 2,5 (93) et 3,3 (94, 95) à température ambiante. Toute texture existant dans un polycristal aura donc une influence sur le module d'Young mesuré. ii) l'addition d'éléments d'alliage à Ni ou Ni_3Al est susceptible de modifier leurs propriétés élastiques.

Il nous a donc paru préférable de recenser les données relatives à des monocristaux. La figure IV-11 indique les variations avec la température des modules d'Young selon une direction $\langle 100 \rangle$ ($E_{[100]}$), calculés à partir des modules anisotropes mesurés par Alers et coll. (93) pour le nickel pur et par Ono et Stern (91) pour Ni_3Al possédant un léger écart à la stoechiométrie (Ni-24% at Al). Si le module $E_{[100]}$ du nickel est supérieur d'environ 40% à celui de Ni_3Al à température ambiante, sa décroissance avec la température est plus forte, et il paraît hasardeux de préjuger de la valeur du rapport $E_{\text{Ni}_3\text{Al}[100]}/E_{\text{Ni}[100]}$ à haute température ($> 800^\circ\text{C}$).

Sont également portés à la figure IV-11, les modules calculés à partir des mesures de coefficients élastiques de Pottebohm et al. (96) à -123°C , 20°C et 77°C pour Ni pur, les solutions solides Ni-4,1 at% Al, Ni-7,9 at% Al ainsi que pour l'alliage biphasé γ - γ' NIMONIC PE16 et un matériau ayant la composition que ces auteurs ont mesuré être celle de la phase γ de l'alliage. Nous avons enfin porté le point correspondant à Ni_3Al stoechiométrique dû à Kaiser et Stassis (95), car la rigueur dont ont fait preuve ces auteurs dans leur procédure expérimentale donne quelque crédit à ces mesures.

L'observation des points portés à la figure IV-II nous incite à formuler les remarques suivantes :

i) à température ambiante, le désaccord sur le module $E_{[100]}$ de Ni_3Al est d'environ 10% selon que l'on se réfère aux mesures de Ono et Stern (91) ou de Kaiser et Stassis (95). Fisher (97) a souligné que les coefficients d'anisotropie calculés à partir de ces travaux sont très voisins. Nous sommes tentés de placer une grande confiance dans les résultats de Kayser et Stassis et il semble donc que ceux de Ono et Stern puissent être simplement entachés d'une erreur systématique, due à l'écart à la stoechiométrie et/ou aux méthodes expérimentales employées sans que l'effet de la température que ces auteurs constatent sur les constantes élastiques soit sujet à caution.

ii) l'addition d'aluminium (< 8at.%) en solution solide dans le nickel provoque une décroissance du module $E_{[100]}$ qui reste toutefois supérieur à celui de Ni_3Al à température ambiante. Dans la gamme de températures (-123°C , 77°C) la variation des modules des solutions solides paraît comparable à celle du module du nickel. Si l'on extrapole vers les températures élevées, une valeur supérieure à un du rapport $E_{\text{Ni}_3\text{Al}}/E_{\gamma}$ est à attendre au delà de 500°C environ dans le système binaire Ni-Al.

iii) dans le cas du NIMONIC PE16 (96) qui comprend cinq éléments d'alliage, le module $E_{[100]}$ à 20°C est encore plus faible que dans les solutions solides Ni-Al et comparable à celui de Ni_3Al . La comparaison des modules de l'alliage biphasé et de sa phase γ semble indiquer que ceux-ci varient avec la température de façon comparable, et semblable au module de Ni_3Al , et que le module de la phase γ' est supérieur à celui de γ à température ambiante. Ici encore, l'hypothèse d'un module d'Young à haute température plus élevé dans la phase γ' que dans la phase γ ne peut être écartée.

Contrainte	Ecart paramétrique	$E_{\gamma'}/E_{\gamma} > 1$	$E_{\gamma'}/E_{\gamma} < 1$	$E_{\gamma'}/E_{\gamma} = 1$
$\sigma > 0$	$\delta \gg 0$	P	N	inchangé
	$\delta > 0$	N	N	
	$\delta < 0$	N	N	
	$\delta \ll 0$	N	P	
$\sigma < 0$	$\delta \gg 0$	N	P	inchangé
	$\delta > 0$	N	N	
	$\delta < 0$	N	N	
	$\delta \ll 0$	P	N	

TABLEAU IV-3 : Morphologies de coalescence prévues (synthèses des modèles)

	$\sigma > 0$				$\sigma < 0$			
	$\delta \ll 0$	$\delta < 0$	$\delta > 0$	$\delta \gg 0$	$\delta \ll 0$	$\delta < 0$	$\delta > 0$	$\delta \gg 0$
Prévisions	N	N	N	P	P	N	N	N
Observations expérimentales	N	N	N?	P	P	?	?	N

TABLEAU IV-4 : Comparaison entre les morphologies de coalescence observées expérimentalement et celles prévues dans le cas où $E_{\gamma'}/E_{\gamma} > 1$.

Ainsi les prédictions de Tien et Copley (19, 20) et de Pineau (87) selon lesquelles le module d'Young de la phase γ serait supérieur à celui de la phase γ' dans les alliages base nickel à haute température ne paraissent-elles pas confortées par des données expérimentales irréfutables. L'hypothèse selon laquelle $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$ ne semble pas moins plausible tant que l'on ne dispose pas de données fiables s'étendant vers des températures élevées et relatives à l'addition d'éléments d'alliage dans γ et γ' .

3) CONFRONTATION DES MODELES AVEC LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

La comparaison des morphologies de coalescence expérimentalement observées (tableau IV-2) à celles prévues par les modèles présentés en IV-A-4 et qui dépendent de la valeur du rapport $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$ à haute température (tableau IV-3) indique une mauvaise corrélation entre modèles et expérience si $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$ vaut un ou est inférieur à un. Dans ce dernier cas les changements morphologiques prévus pour les alliages pour lesquels $|\delta| > 10^{-3}$ sont opposés à ceux observés quels que soient les signes respectifs de δ et σ .

Si par contre $E_{\gamma'} > E_{\gamma}$ la corrélation est excellente pour les alliages où $|\delta| > 10^{-3}$: la morphologie stable dépend du signe de σ/δ . Elle est de type P si le signe du rapport est positif et de type N dans le cas contraire. Les formes de précipités observées lors d'une sollicitation en tension d'un matériau où δ est faiblement négatif sont également correctement prévues. Il en va de même pour la coalescence de type N observée après sollicitation en tension dans l'alliage CMSX-2' où δ est vraisemblablement faiblement positif. Faute d'observations sur des matériaux à faible amplitude d'écart paramétrique sollicités en compression, nous n'avons pas pu vérifier s'il existe des alliages où se développe une morphologie de type N quel que soit le signe de la contrainte appliquée. La comparaison entre prévisions et observations est indiquée au tableau IV-4 pour les différents cas de figure.

Si nous ne sommes pas en mesure de vérifier l'exactitude des prévisions des modèles élastiques dans tous les détails du domaine contrainte / écart paramétrique, nous constatons malgré tout qu'il existe un bon accord si la phase γ' possède un module d'Young supérieur à celui de la phase γ à haute température. Une telle hypothèse n'est pas invraisemblable, même si elle n'a pas été vérifiée expérimentalement.

L'interprétation des changements morphologiques sous charge des précipités γ' par les variations d'énergie élastique associées paraît donc plausible. Telle était déjà la conclusion à laquelle parvenaient Tien et Copley (20) ainsi que Pineau (87) dans le cas des morphologies de coalescence observées dans l'U-700. Ces auteurs raisonnaient cependant sur une valeur positive de δ mesurée à température ambiante (52), alors que l'écart paramétrique devient négatif à haute température dans cet alliage, et estimaient à partir d'extrapolations discutables de mesures de module d'Young de Ni et Ni_3Al purs que celui de la phase γ' était plus faible que celui de γ , alors que le contraire paraît plus probable à haute température. Le rôle relativement symétrique de δ et de $E_{\gamma'}/E_{\gamma}$ a annulé l'effet de ces erreurs sur les prévisions des modèles de ces auteurs.

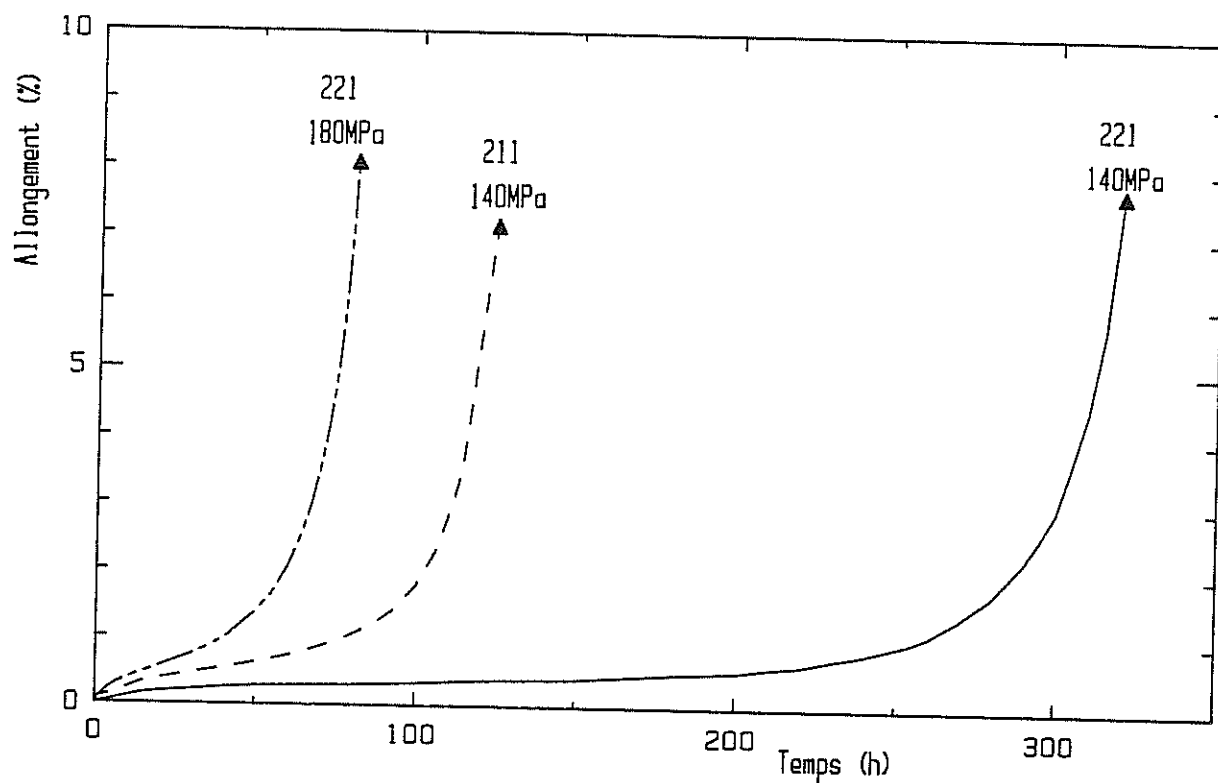


Figure IV-12 : Courbes de fluage à 1050 °C pour les alliages 221 sous 140 et 180 MPa et 211 sous 140 MPa

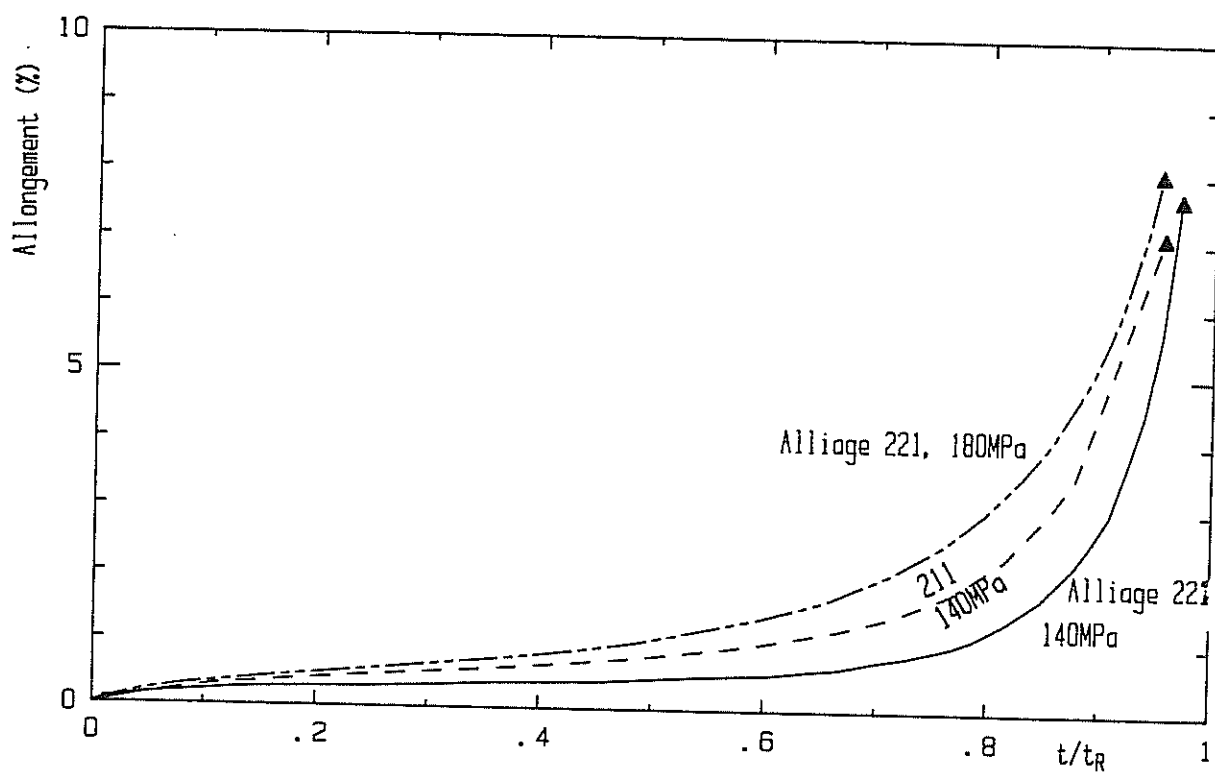


Figure IV-13 : Mêmes courbes qu'à la figure IV-12, normalisées par rapport au temps à rupture

IV-C. DESCRIPTION DE LA COALESCENCE DE TYPE N DANS LES ALLIAGES A FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE γ' ELEVEE

Nous avons vu au chapitre III que les alliages développés récemment en vue d'une utilisation comme aubes de turbine monocristallines présentaient une fraction volumique de phase γ' élevée et teneur importante en éléments qui durcissent les phases γ et γ' . Ces facteurs conduisent à une valeur négative de l'écart paramétrique. Lorsqu'ils sont sollicités en fluage en tension à haute température, ces matériaux ont un mode de coalescence de type N (IV-B).

Dans ce paragraphe, nous prendrons l'exemple de deux alliages de l'étude, le 221 et le 211 qui ont des compositions très voisines et possèdent à haute température un écart paramétrique négatif et une fraction volumique de phase γ' élevée (> 60% à 1050°C).

Dans un premier temps, nous décrirons qualitativement les modifications de microstructure observées dans ces deux alliages après sollicitation en fluage en tension à 1050°C. Dans un deuxième temps, nous utiliserons l'analyse d'images pour donner une évaluation quantitative de ces modifications à l'aide de paramètres morphologiques appropriés. Nous mettrons en évidence les effets de l'amplitude de la contrainte appliquée et de la composition sur l'évolution de la morphologie des phases γ et γ' .

IV-C.1. DESCRIPTION QUALITATIVE DE LA COALESCENCE

1) CONDITIONS EXPERIMENTALES

Des éprouvettes monocristallines des alliages 211 et 221, dont la désorientation par rapport à l'axe cristallographique [001] ne dépassait pas 7° ont été fluées jusqu'à différentes fractions de leur durée de vie à 1050°C. Pour l'alliage 211, une contrainte de 140 MPa a été retenue alors que pour le 221 un niveau de contrainte plus élevé, 180 MPa, a également été utilisé.

Alliage	Contrainte	ϵ_s $\times 10^{-8} s^{-1}$	$\epsilon_{2\%}$ $\times 10^{-8} s^{-1}$	t_s (h)	t_t (h)	t_R (h)	t_s/t_R	t_t/t_R
221	140	$\approx 0,3$	14	≈ 60	≈ 200	330	0,18	0,60
	180	5,2	27	≈ 20	≈ 30	84	0,24	0,35
211	140	2,2	24	≈ 30	≈ 60	131	0,23	0,45

TABLEAU IV-5 : Données concernant les essais de fluage à 1050°C sur les alliages 221 et 211.

	Alliage 221								Alliage 211		
	140 MPa					180 MPa			140 MPa		
	1h	20h	100h	250h	330h Rupture	20h	50h	84h Rupture	20h	50h	131h Rupture
	ε (%)	0,02	0,20	0,35	1	22	0,55	1,40	21,5	0,35	0,65
Stade de fluage	premiers instants	primaire	secondaire	tertiaire	rupture	fin primaire	tertiaire	rupture	primaire	fin secondaire	rupture

TABLEAU IV-6 : Durées d'essai et déformation de fluage pour lesquelles des observations de coupes longitudinales (100) ont été effectuées.

Les courbes de fluage correspondantes sont représentées à la figure IV-12. Comme nous l'avons vu au chapitre II (fig. II-15), le 221 possède à 1050°C une résistance au fluage excellente avec un gain de durée de vie d'environ 20% par rapport à l'alliage CMSX-2 (44) pour une contrainte de 140 MPa. Le 211 possède quant à lui une résistance intermédiaire entre celles du Mar M 200 et du CMSX-2.

Pour une contrainte appliquée conduisant à la rupture en quelques centaines d'heures (alliage 221 flué sous 140 MPa), les courbes de fluage ont un aspect particulier : la quasi-totalité de la déformation plastique conduisant à la rupture s'effectue peu avant la fin de l'essai, une accélération catastrophique de la vitesse de déformation se produisant à 75% de la durée de vie environ. Durant les trois premiers quarts de la durée de l'essai, la vitesse de déformation est très faible ($< 10^{-8} \text{ s}^{-1}$). Les trois courbes de fluage de la figure IV-12 sont représentées sous la forme normalisée $\epsilon = f(t/t_R)$ à la figure IV-13, et un certain nombre de données relatives à ces essais de fluage, ie vitesses de fluage minimale et après 2% de déformation plastique (ϵ_s et $\epsilon_{2\%}$), temps au bout desquels sont atteints les régimes de fluage secondaire et tertiaire (t_s et t_t) sont reportés au tableau IV-5. Il apparaît que plus le temps à rupture est court, plus la déformation tend à être répartie sur toute la durée de l'essai. Le stade secondaire occupe une portion de plus en plus réduite de la durée de vie et le stade tertiaire intervient proportionnellement plus tôt.

La figure IV-14 illustre les microstructures observées par MEB dans l'alliage 221 après fluage jusqu'à rupture sous une contrainte de 140 MPa, sur une coupe transversale (001) (fig. IV-14a) ou sur une coupe longitudinale (100) (fig. IV-14b). Nous avons choisi de restreindre nos observations à des coupes longitudinales (100), car il est à craindre que l'aspect de surfaces transversales soit sensible à des désorientations par rapport au plan (001) susceptibles d'intervenir lors de la découpe ou du polissage nécessaire à l'observation.

Le tableau IV-6 récapitule les stades de fluage pour lesquels des observations de la morphologie de coalescence des phases γ et γ' ont été effectuées.

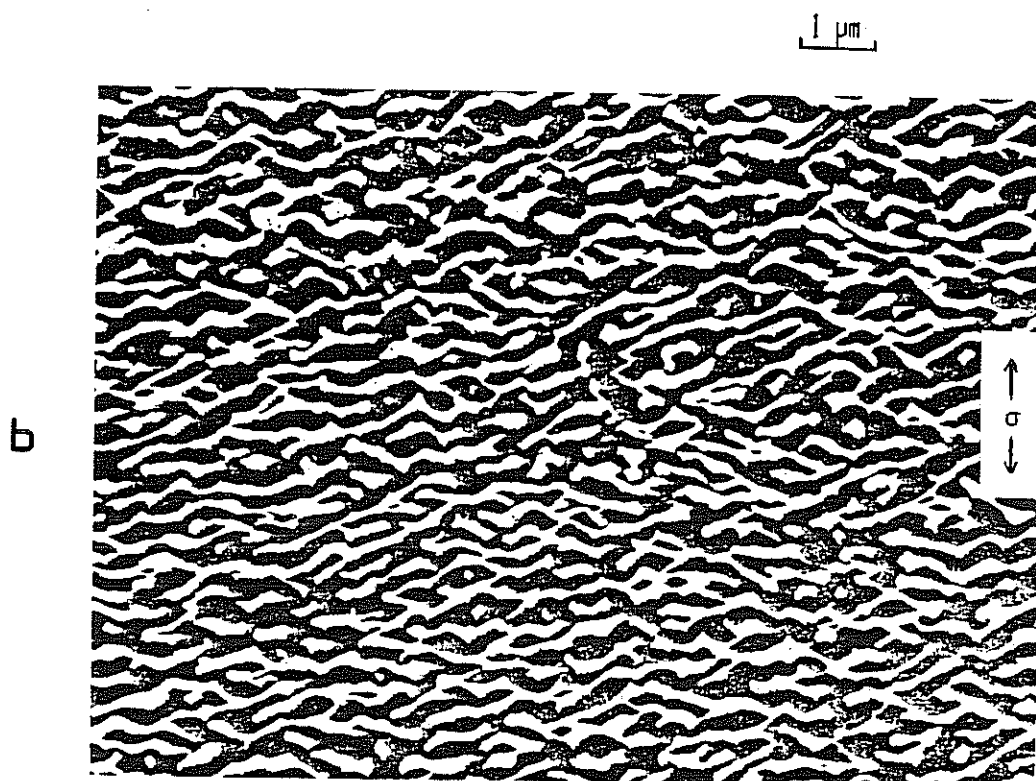
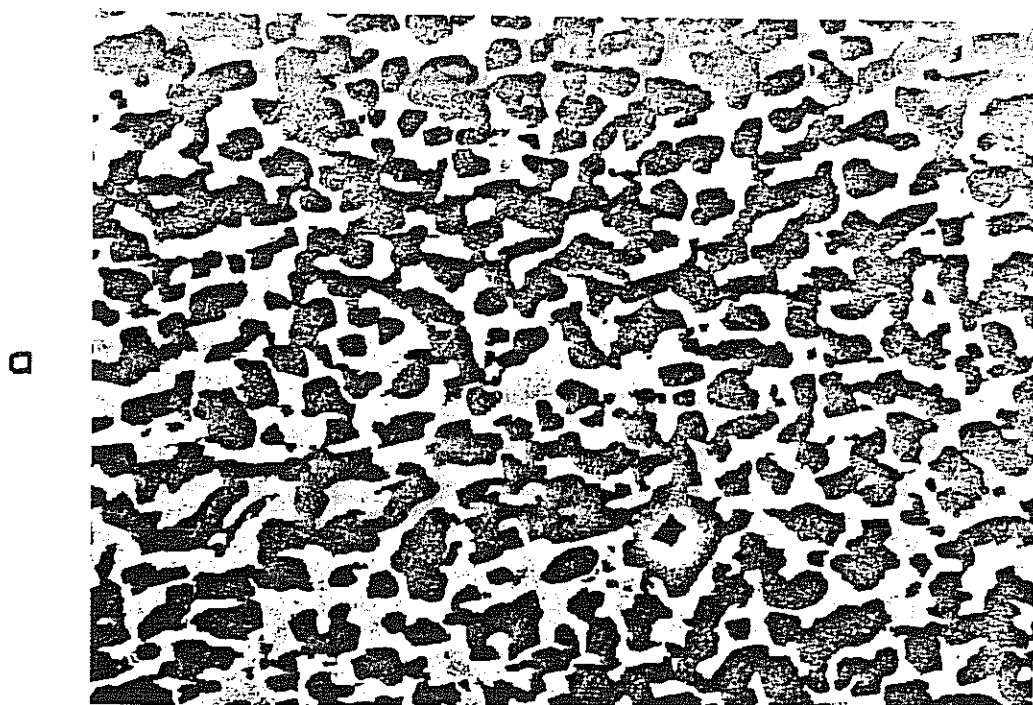


Figure IV-14 : Microstructure de l'alliage 221 après fluage jusqu'à rupture
à 1050 °C sous 140MPa ($t_R=330h$)
a) coupe transversale
b) coupe longitudinale.

Nous avons choisi d'observer les changements de morphologie intervenant dans les premiers instants du fluage pour le 221, puis de comparer les structures obtenues après un temps identique (20h) et correspondant dans les trois cas (221 sous 140 MPa, et sous 180 MPa, 211 sous 140 MPa) au stade de fluage primaire. Les autres temps ont été choisis pour correspondre soit au fluage secondaire (alliage 221, 100h sous 140 MPa) soit approximativement au stade où se produit l'accélération catastrophique de la vitesse de fluage.

2) OBSERVATIONS

a) Alliage 221 flué sous 140 MPa

La figure IV-15 indique, avec la courbe de fluage correspondante, les microstructures observées aux divers stades de fluage.

La microstructure du 221 coalesce selon le mode N avec une cinétique rapide : les murs de phase γ parallèles à la contrainte ont déjà commencé à disparaître après 1h et la structure en radeau est déjà formée après 20h. Les plaquettes des deux phases conservent un caractère plutôt rectiligne tant que la déformation plastique reste faible. Leur taux d'élancement est considérable avec des longueurs fréquemment supérieures à 20 μm pour des épaisseurs de l'ordre de 0,5 μm . Après rupture et 20% de déformation plastique, elles semblent moins orientées.

Deux observations, qui n'avaient pas jusqu'ici été rapportées, peuvent être faites :

- la phase γ s'épaissit de plus d'un ordre de grandeur parallèlement à la contrainte, passant de couloirs d'environ 30 nm dans l'état traité (chapitre II, fig. II-8c) à des plaquettes atteignant le micron après rupture (fig. IV-15). La phase γ' connaît un épaississement moins marqué. Il ne commence pas dès les 20 premières heures où l'épaisseur des plaquettes γ' est semblable à l'arête des cuboïdes initiaux.
- à partir de 100h de fluage, l'on observe des îlots de phase γ enveloppés par γ' . Cette situation apparaît plus fréquemment au bout de

250h, où la microstructure est en partie constituée de plaquettes rectilignes de phase γ perpendiculaires à la contrainte, entourées par une "matrice γ' ". Après rupture, la microstructure semble constituée de larges plaquettes irrégulières imbriquées de γ et γ' avec des particules de γ de petite taille ($< 5 \mu\text{m}$) entourées par de la phase γ' . Il semble cependant difficile à l'aide d'une micrographie de $(20 \times 15) \mu\text{m}^2$ environ de préjuger de la nature globalement enveloppée ou enveloppante de l'une ou l'autre phase.

b) Effet de la contrainte (140/180 MPa)

Les microstructures induites sur le 221 par l'application d'une contrainte de 180 MPa sont indiquées à la figure IV-16. La comparaison avec la figure IV-15 montre que les 20 premières heures de fluage conduisent à des épaisseurs de phase γ' comparables et peu différentes de l'arête des cuboïdes initiaux. L'élévation de la contrainte amène cependant un épaissement plus rapide des lamelles de phase γ ainsi qu'une diminution plus rapide de la continuité de cette phase. L'on retrouve comme dans le cas d'une sollicitation sous 140 MPa que les plaquettes de γ et γ' demeurent relativement rectilignes tant que la déformation plastique ne dépasse pas 1 à 2%. Pour les deux niveaux de contrainte, la phase γ semble avoir épaissi de façon comparable après rupture, alors que γ' épaissit visiblement plus pour le niveau de contrainte le plus faible et le temps de fluage le plus long. Sous 180 MPa, nous observons encore la formation d'îlots de phase γ entourés par de la phase γ' .

c) Comparaison des alliages 211 et 221

Sous une contrainte de 140 MPa, la rupture intervient en 131h pour le 211, temps intermédiaire entre ceux obtenus aux deux niveaux de contrainte pour le 221. Les microstructures du 211 en cours de fluage (fig. IV-17) montrent le développement d'une distribution de plaquettes moins parfaites que dans le cas du 221 : au bout de 20h par exemple, les murs de phase γ parallèles à la contrainte sont encore fréquents, contrairement à ce que l'on observe pour le 221. Cette différence de comportement entre les deux matériaux paraît bien intrinsèque, car elle est observée non seulement pour une même contrainte appliquée où le 211 a subi une déformation plastique plus

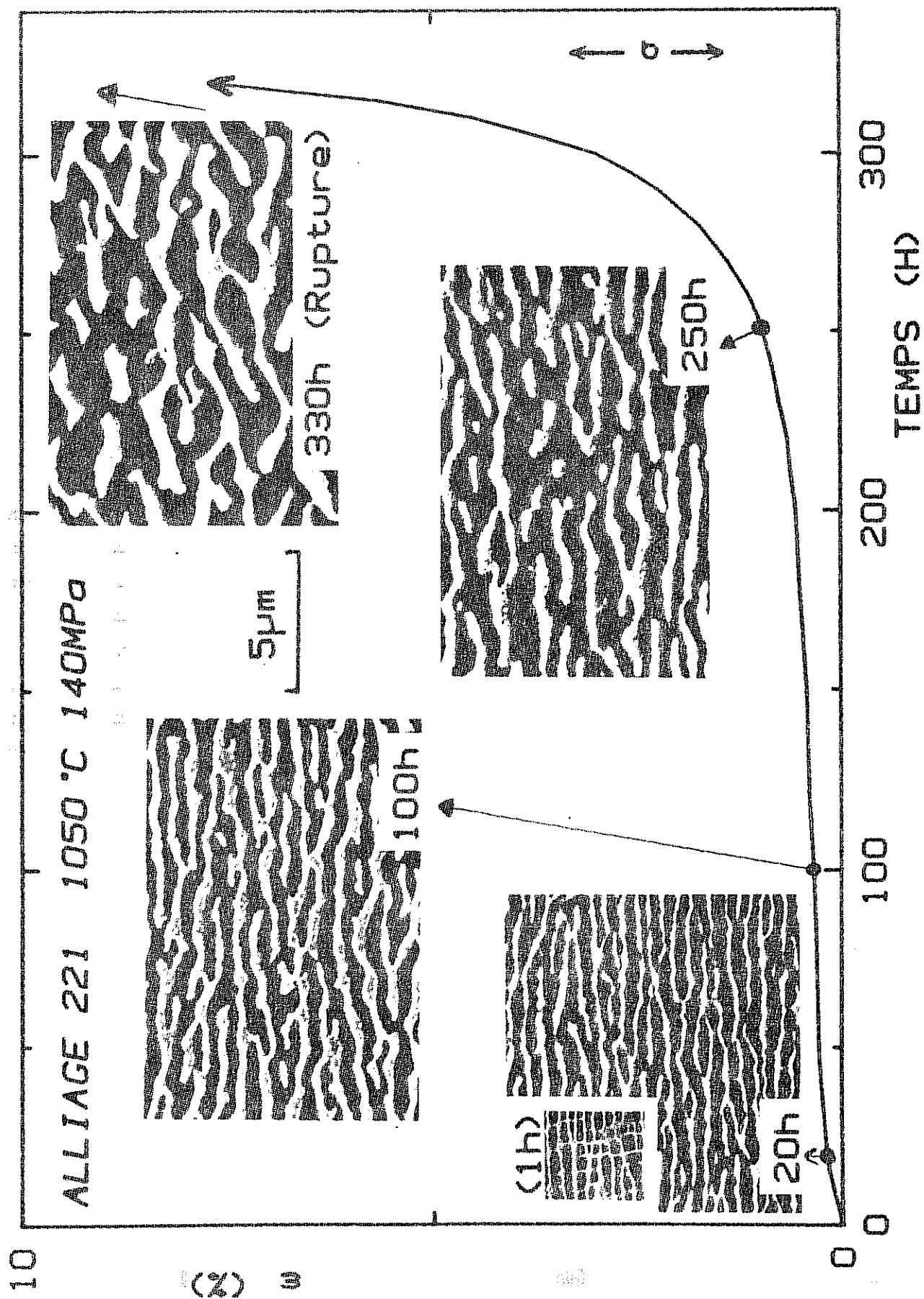


Figure IV-15 : Morphologies de coalescence observées dans l'alliage 221 après divers temps de fluage à 1050 °C sous 140MPa.

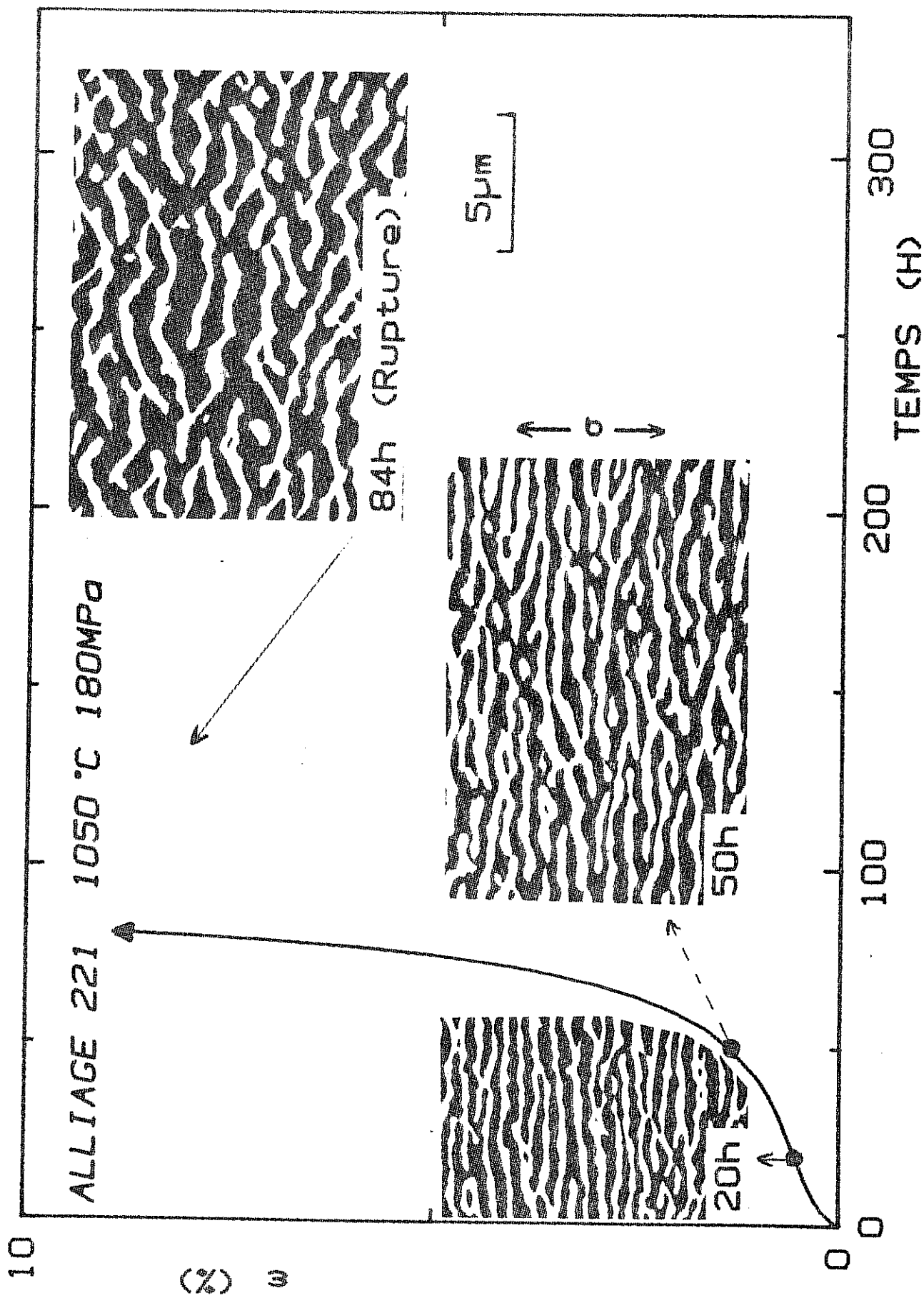


Figure IV-16 : Morphologies de coalescence observées dans l'alliage 221 après divers temps de fluage à 1050 °C sous 180 MPa.

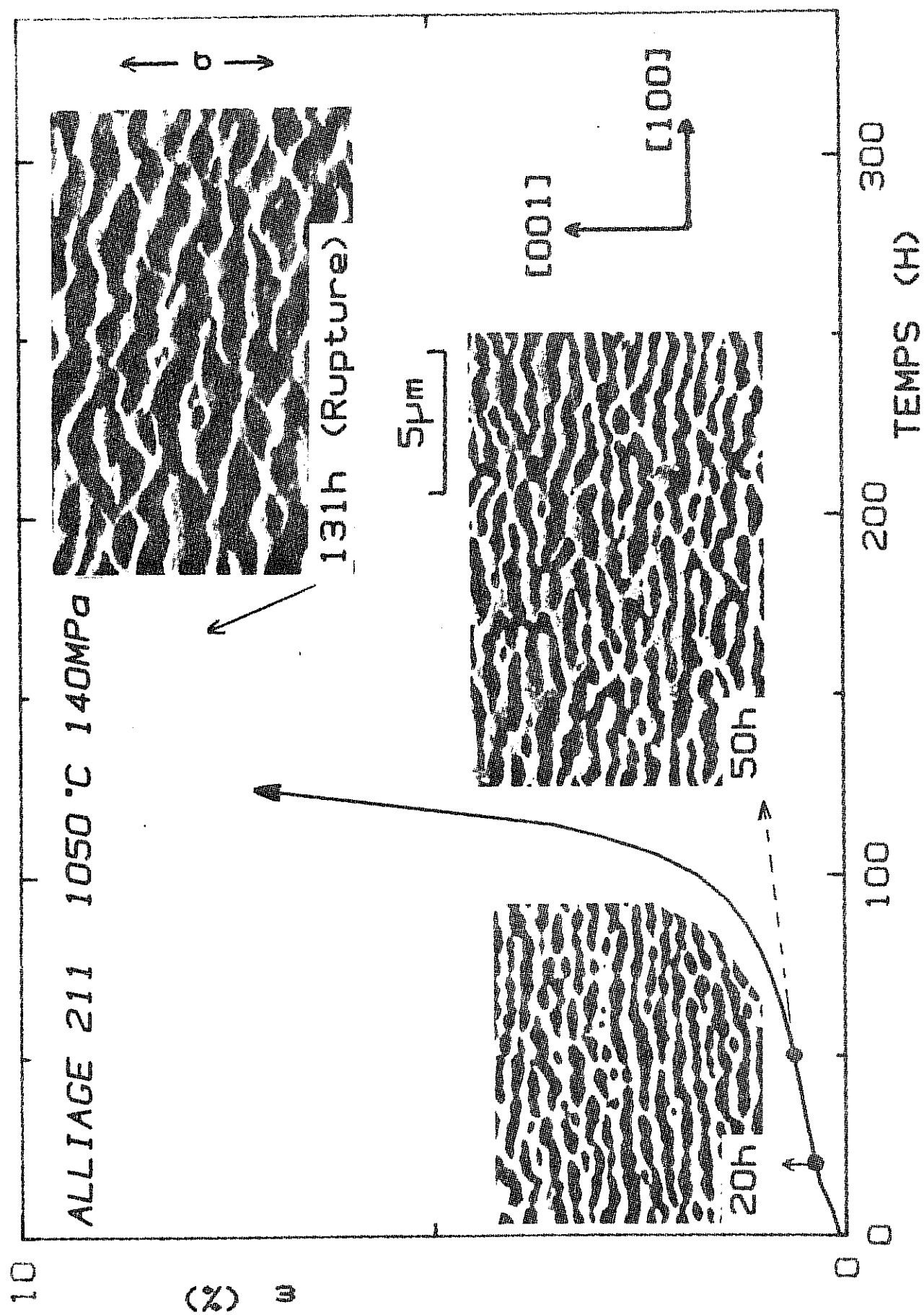


Figure IV-17 : Morphologies de coalescence observées dans l'alliage 211 après divers temps de fluage à 1050 °C sous 140 MPa.

importante que le 221 (0,35% contre 0,20%), mais également lorsque le 221 est sollicité à une contrainte plus élevée, 180 MPa, et s'est alors déformé de 0,55% au bout de 20h. Rappelons qu'à 1050°C, les écarts paramétriques du 211 et du 221 sont respectivement de $\approx -1 \times 10^{-3}$ et $-2,3 \times 10^{-3}$. Le cas de ces deux alliages illustre donc bien le rôle de δ comme paramètre critique du mode de coalescence orientée.

L'on remarque enfin que la phase γ conserve dans l'alliage 211 un caractère enveloppant tout au long de l'essai de fluage.

IV-C.2. DESCRIPTION QUANTITATIVE

Nous avons choisi de ne pas inclure dans cet exposé une introduction générale à l'analyse d'images et à la morphologie mathématique mais de nous contenter de définir les notions et paramètres qui sont en rapport avec les mesures effectuées. Un tel choix est dicté par le souci de ne pas alourdir outre mesure le texte et nous semble justifié par le fait que notre analyse s'est restreinte à la mesure de paramètres relativement simples et appréhendables intuitivement. Au lecteur qu'une telle démarche découragerait, nous recommanderons la lecture du Précis d'Analyse d'Images de M. Coster et J.L. Chermant (98) que nous avons amplement consulté.

L'analyseur de texture que nous avons utilisé est un Nachet NS 1500 relié à un microordinateur Apple IIe. La présentation brève de cet appareil ainsi que les procédures de mesure utilisées sont reportées à l'annexe III.

Les microstructures que nous avons caractérisées sont la microstructure initiale d'une part, et d'autre part celles correspondant à différents stades de fluage des alliages 211 et 221, une fois la structure en radeaux formée. Les temps de fluage correspondants sont les suivants :

Alliage	Contrainte (MPa)	Temps de fluage (h)
221	140	20, 100, 250, 330 (rupture)
	180	20, 50, 84 (rupture)
211	140	20, 50, 131 (rupture)

1) DEMARCHE

a) Limitations

L'exposition en fluage en tension à 1050°C des alliages étudiés conduit au développement de plaquettes de γ et γ' qui, par exemple dans le cas du 221 flué 100h sous 140 MPa (fig. IV-18) ont une épaisseur de l'ordre de 0,5 μm et dont la longueur dépasse parfois 50 μm .

Du fait de ce fort taux d'élancement des objets observés, l'utilisation d'un grossissement suffisamment faible pour que la probabilité d'inclusion des plaquettes les plus longues dans le masque de mesure soit non nulle, n'aurait pas permis de résoudre la finesse de la microstructure.

La mesure de paramètres relatifs à des objets individuels (connexes), tels que la longueur moyenne, la surface moyenne, le nombre d'objets par unité de surface, n'est donc pas directement accessible.

Il est d'autre part bien évident que les mesures que l'on peut effectuer à l'aide d'un analyseur d'images sont relatives à des grandeurs définies dans \mathbb{R}^2 , espace plan. Nous nous sommes cantonnés à des coupes planes d'orientation (100) parallèles à la contrainte, et n'avons donc pas la prétention d'aboutir à une description complète en volume de la microstructure.

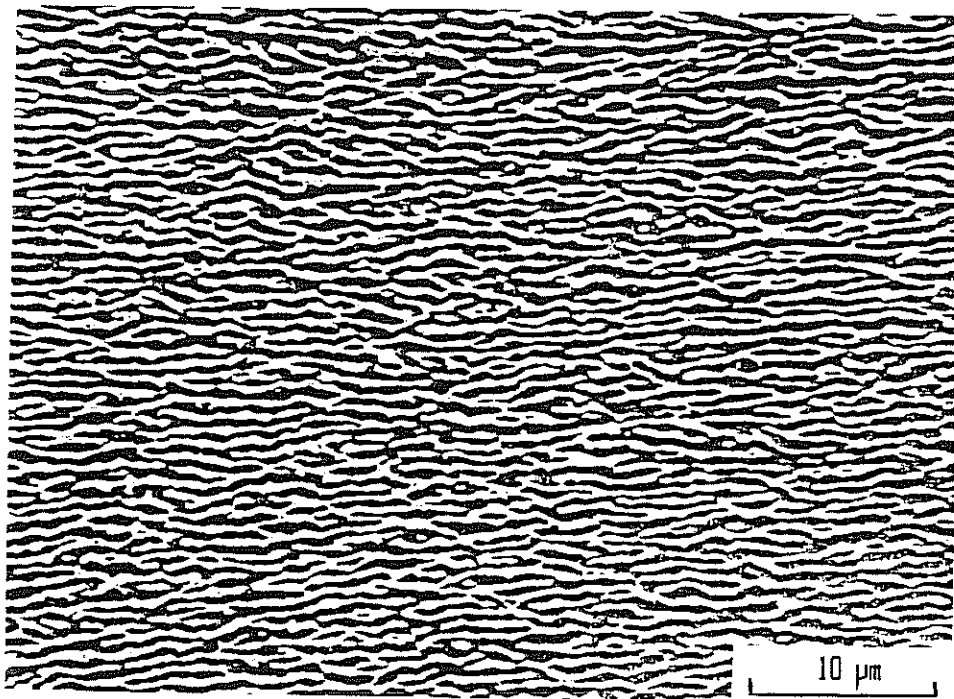


Figure IV-18 : Coupe longitudinale de l'alliage 221 après 100h de fluage à 1050 °C sous 140MPa. Vue à faible grossissement permettant de noter la grande longueur d'objets connexes des deux phases.

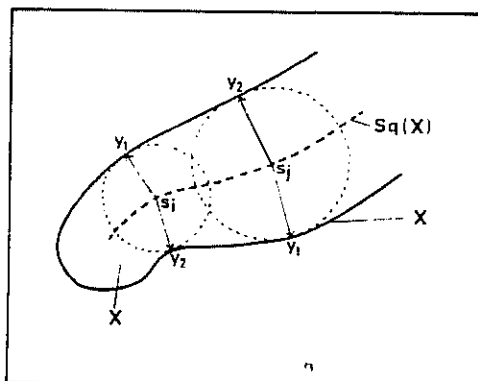


Figure IV-19 : Illustration de la définition du squelette (98).

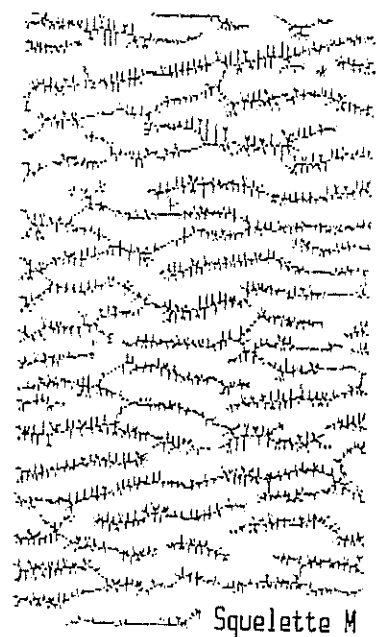
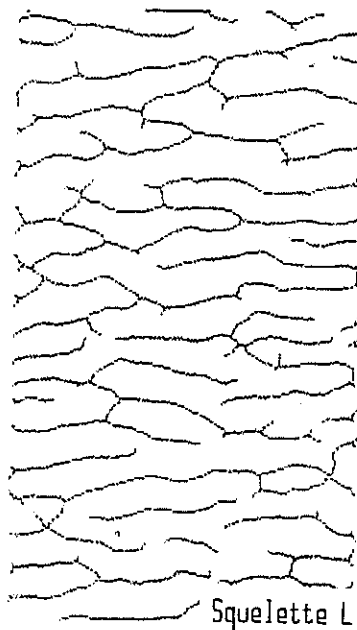
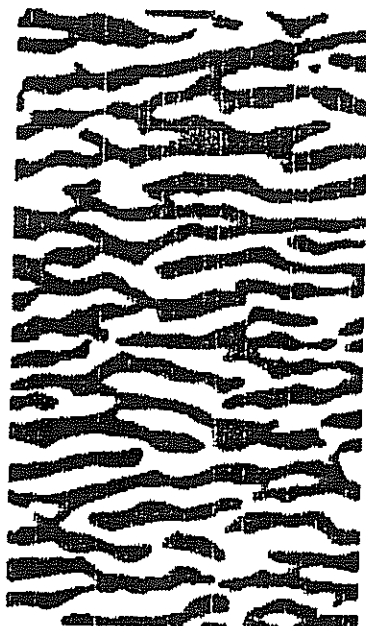


Figure IV-20 : Image digitalisée (221 flué 100h sous 140MPa) et squelettes correspondants.

b) Choix des paramètres

Le type de microstructures que nous souhaitons décrire nous incite à utiliser des paramètres morphologiques dont la mesure permet des renseignements quantitatifs sur

- i) la nature enveloppante ou enveloppée des phases γ et γ'
- ii) l'anisotropie de la microstructure
- iii) la taille de la microstructure

Avant d'aborder tour à tour ces trois points, il paraît intéressant d'introduire la notion de squelette $sq(X)$ d'un objet X , qui peut être défini mathématiquement comme l'ensemble des boules maximales B contenues dans X (98) (fig. IV-19). Pour une image digitalisée selon une trame hexagonale, la définition du squelette n'est pas unique. Celui-ci peut être obtenu par amincissement séquentiel selon deux configurations de voisinage; L_6 ou M_6 (98). La figure IV-20 illustre pour une image digitalisée obtenue pour l'alliage 221 flué 100h à 140 MPa l'allure des deux squelettes. Nous avons retenu pour la suite le squelette obtenu par amincissement séquentiel selon L_6 , car il possède un moins grand nombre de branches parasites : ainsi sa surface (longueur totale de ses branches) donne une meilleure description de la longueur d'un objet allongé.

Abordons à présent tour à tour les notions définies plus haut.

i) la nature enveloppée ou enveloppante de γ et γ' . Le paramètre nombre de connexité, défini comme le nombre d'objets connexes moins le nombre de trous qu'ils comportent (98) en permet une évaluation quantitative.

Nous retiendrons comme paramètre le nombre de connexité de la phase γ' par unité de surface $N_A(\gamma')$. Notons que $N_A(\gamma)$ est l'opposé de $N_A(\gamma')$. Dans l'état de traitement thermique complet avant fluage, $N_A(\gamma')$ sera égal au nombre de particules de γ' par unité de surface. Une valeur positive de $N_A(\gamma')$ indiquera que la phase γ est globalement enveloppante alors qu'une valeur négative donnera l'indication opposée.

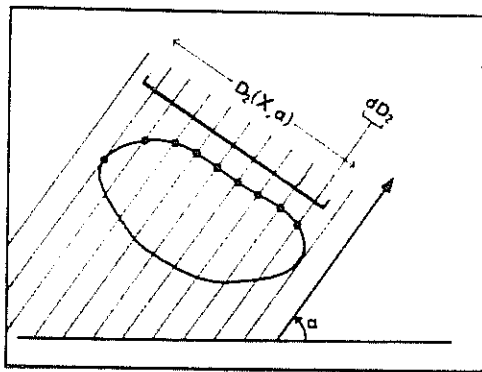


Figure IV-21 : Illustration de la détermination de la variation diamétrale dans une direction α (98).

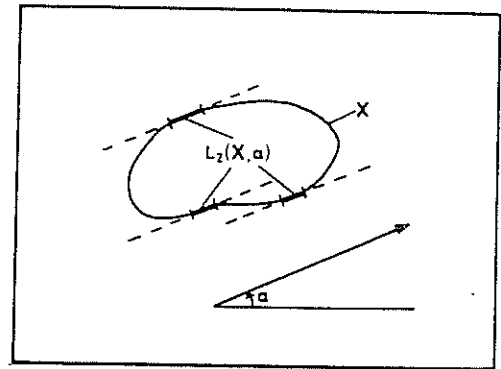


Figure IV-22 : Illustration du principe de la rose des directions (98).

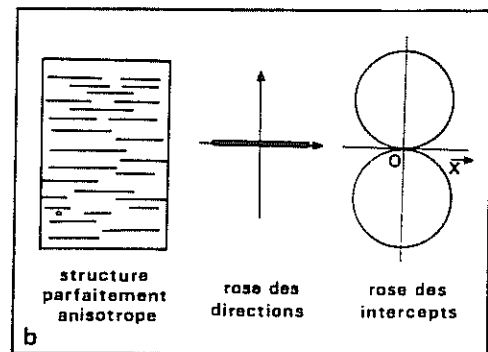
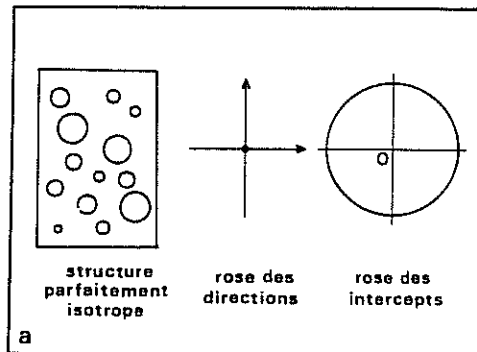


Figure IV-23 : Roses des intercepts et roses des directions pour différentes structures (98).

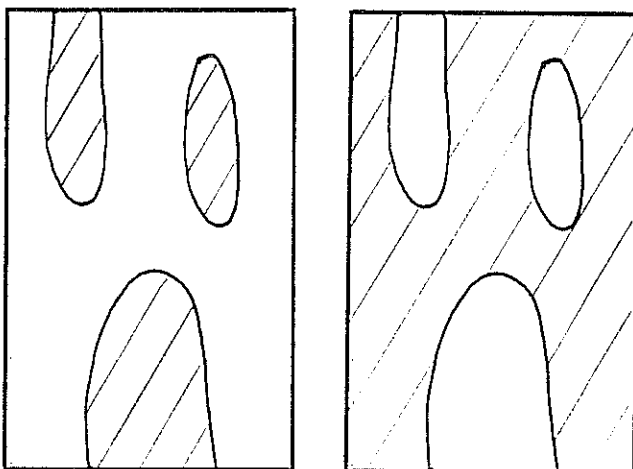
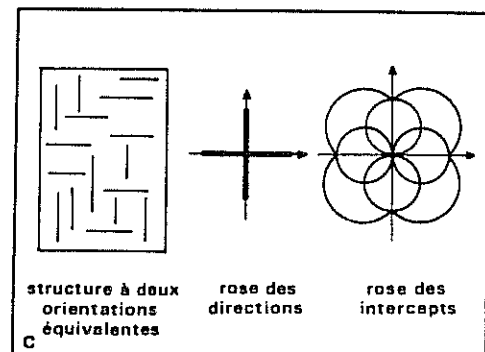


Figure IV-24 : Deux structures biphasées dont les roses des directions seront identiques.

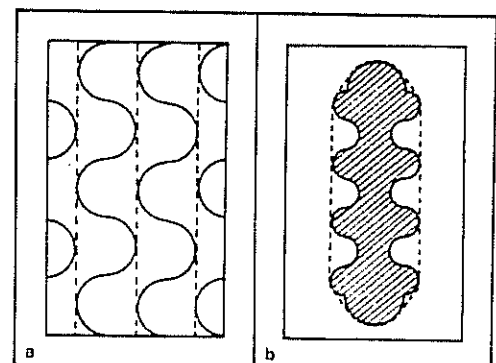


Figure IV-25 : Structures anisotropes que l'on peut considérer comme isotropes si l'on ne considère que les frontières (98).

Etant donné que la squelettisation est une opération homotopique, ie conservant la connexité (98), $N_A(\gamma')$ pourra être évalué à partir du nombre de connexité du squelette de l'une des phases, et même d'un squelette simplifié. La méthode manuelle ainsi rendue possible est exposée en annexe .

ii) Coster et Chermant (98) proposent deux représentations de l'anisotropie dans le cas de structures imbriquées. La rose des intercepts correspond à l'évolution de la variation diamétrale $D_2(X, \alpha)$ en fonction de α (fig. IV-21). La rose des directions est la fonction $L_2(X, \alpha)$ traduite en coordonnées polaires, où comme l'indique la figure IV-22, $L_2(X, \alpha)$ est la longueur des contours de X orientés suivant la direction $\alpha \pm d\alpha$. La figure IV-23 illustre les roses des intercepts et roses des directions correspondant à diverses structures. Nous avons choisi comme représentation la rose des directions car elle nous paraît plus parlante. De plus, Coster et Chermant (98) indiquent que cette représentation est préférable lorsqu'il existe plusieurs orientations préférentielles.

Etant donné que la rose des directions est basée sur des mesures relatives aux contours, et qu'un objet et son complémentaire ont des contours identiques, la rose des directions ne permet pas dans notre cas de séparer les contributions de chacune des deux phases. Par exemple, les deux structures schématisées à la figure IV-24 auront une rose des directions identique alors que les morphologies des phases γ et γ' sont bien loin de l'être. Il faut également noter que pour un objet, la distribution des orientations locales de son contour ne permet pas toujours de décrire son anisotropie. Par exemple, l'objet indiqué à la figure IV-25 possède un contour à distribution d'orientation isotrope alors que lui-même est anisotrope.

Il nous a paru préférable d'utiliser les roses des directions des squelettes des phases γ et γ' .

iii) la taille de la microstructure : si nous avons vu plus haut qu'il n'était pas possible d'accéder directement à la mesure des paramètres relatifs à des objets individuels connexes, il est cependant possible d'accéder à une estimation grossière de la longueur des objets connexes γ et γ' .

La longueur d'un objet est fréquemment mesurée en analyse d'image à partir de la plus grande dimension de son squelette. Dans le cas d'un objet fortement allongé, cette grandeur sera voisine de la longueur totale de ce squelette. Comme la squelettisation est une opération homotopique, les nombres d'objets connexes de phase γ et de phase γ' par unité de surface pourront donc s'écrire :

$$n_c(\gamma') = \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma'))}{L_{\gamma'}} \quad \text{et} \quad n_c(\gamma) = \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma))}{L_{\gamma}} \quad (\text{IV-13})$$

où $A_A(\text{Sq}(\))$ désigne la longueur totale de squelette par unité de surface et L la longueur moyenne de squelette des objets connexes (γ ou γ').

Le nombre de connexité de la phase γ' par unité de surface n'est autre que :

$$N_A(\gamma') = (n_c(\gamma') - n_c(\gamma)) \quad (\text{IV-14})$$

et ainsi

$$N_A(\gamma') = \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma'))}{L_{\gamma'}} - \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma))}{L_{\gamma}} \quad (\text{IV-15})$$

Si la mesure de $N_A(\gamma')$, $A_A(\text{Sq}(\gamma'))$ et $A_A(\text{Sq}(\gamma))$, possible dans le cas des structures interconnectées, ne nous permet pas une estimation de $L_{\gamma'}$ et L_{γ} ces paramètres peuvent dans certains cas être encadrés.

En effet, si $N_A(\gamma') > 0$, alors le fait que L_{γ} ait une valeur finie implique que

$$L_{\gamma} < \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma'))}{N_A(\gamma')} \quad (\text{IV-16})$$

De même, si $N_A(\gamma') < 0$, alors nécessairement

$$L_{\gamma} < \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma))}{-N_A(\gamma')} \quad (\text{IV-17})$$

Enfin, si $\overline{L}_\gamma > L_0$

$$\text{alors } \overline{L}_{\gamma'} > \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma))}{N_A(\gamma') + \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma))}{L_0}} \quad (\text{IV-18})$$

et si $L_{\gamma'} > L'_0$

$$\text{alors } L_\gamma > \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma))}{N_A(\gamma') + \frac{A_A(\text{Sq}(\gamma'))}{L'_0}} \quad (\text{IV-19})$$

Nous effectuerons donc la mesure des longueurs totales de squelette de γ ou γ' par unité de surface, $A_A(\text{Sq}(\gamma))$ et $A_A(\text{Sq}(\gamma'))$ et utiliserons les relations IV-16 à IV-17 pour encadrer $L_{\gamma'}$ ou L_γ estimateurs des longueurs moyennes des objets γ' ou γ .

Parmi les paramètres caractérisant la taille de la microstructure, nous mesurerons également les traversées moyennes des phases γ et γ' parallèlement à la contrainte (respectivement $L//(\gamma)$ et $L//(\gamma')$) et étudierons les histogrammes de traversées correspondantes.

c) Choix des grossissements

Si l'on souhaite une description précise d'un objet, il est nécessaire que ses plus petites dimensions soient représentées par plusieurs pixels. La microstructure la plus fine que nous ayons cherché à analyser est celle de l'alliage 221 flué 20h à 1050°C sous 140 MPa (fig. IV-15), où les plaquettes de phase γ ont une épaisseur moyenne de l'ordre de 0,1 à 0,2 μm . Nous avons choisi pour cette microstructure un grossissement tel que la distance entre deux pixels voisins soit de 0,025 μm , ce qui représente une fraction de l'ordre de 1/4 à 1/8 de l'épaisseur moyenne de la phase γ .

Si la mesure de grandeurs telles que la fraction surfacique d'un objet est peu sensible à l'échelle à laquelle il est observé, il n'en va pas de même pour la mesure de la longueur de squelette qui est sensible aux aspérités de surface. Il eut ainsi paru préférable de conserver un grossissement fixe pour

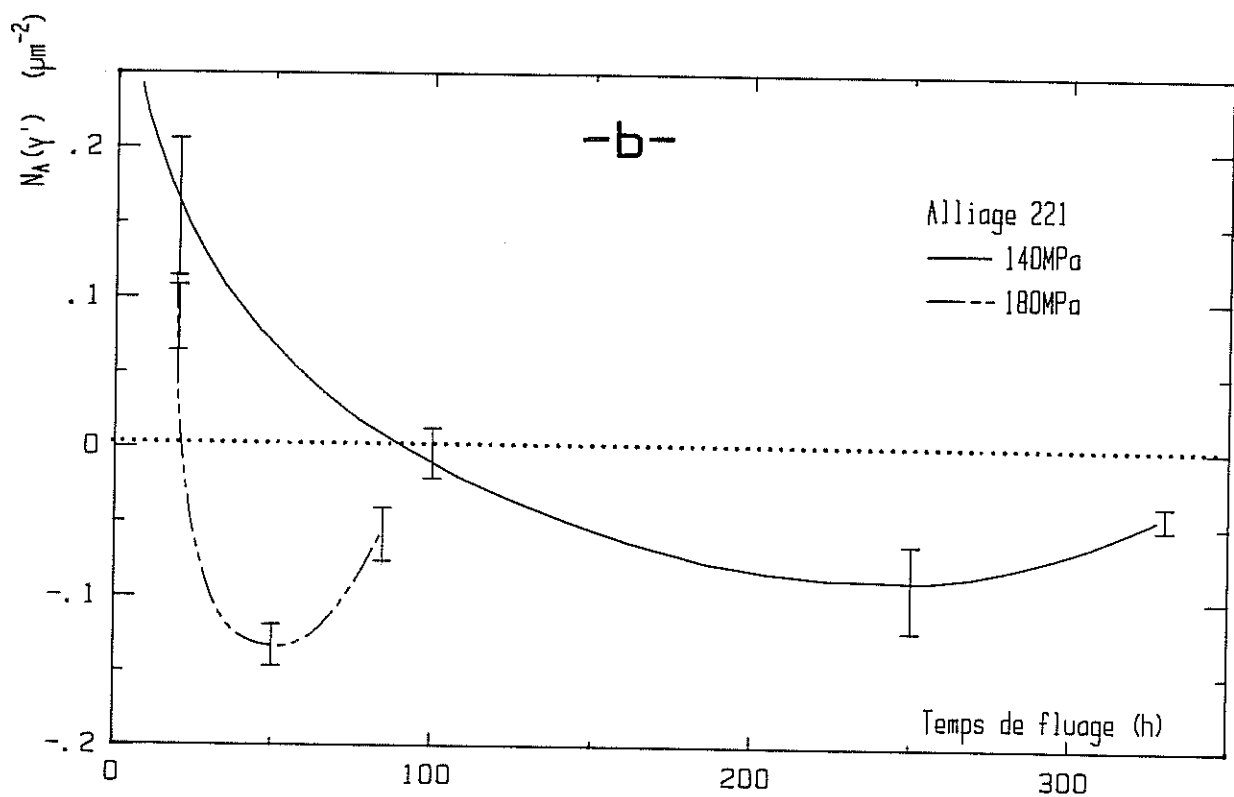
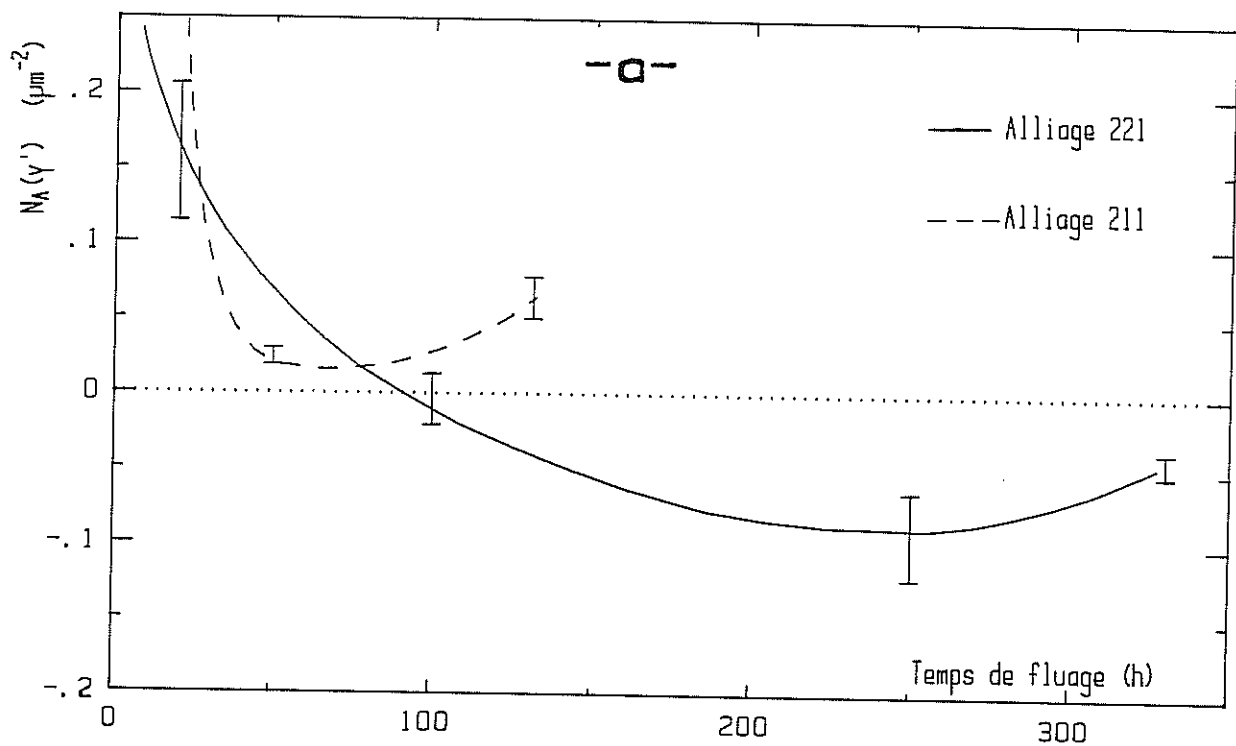


Figure IV-26 : Evolution du nombre de connexité de la phase γ' par unité de surface en fonction du temps de fluage:

-a) Alliages 221 et 211 pour une contrainte de 140 MPa

-b) Alliage 221 pour des contraintes de 140 et 180 MPa.

toutes les structures analysées. Cependant, si l'on compare par exemple à la figure IV-15 les microstructures correspondant pour le 221 à 20h ou 330h de fluage, on note dans ce dernier cas une structure beaucoup plus grossière avec des épaisseurs de phase γ environ 4 à 7 fois supérieures à celles correspondant à 20h de fluage. Des mesures statistiquement fiables n'auraient donc été possibles qu'au prix du traitement d'un grand nombre de champs, ce qui paraissait difficilement compatible avec la procédure retenue limitant à 30 le nombre de champs par échantillon.

Dans la suite du texte, les marges d'erreur indiquées pour les différentes mesures ont été calculées dans l'hypothèse d'une distribution normale (ou gaussienne) des grandeurs correspondantes. Les moyennes sur n champs de ces mesures sont alors distribuées selon une loi de Student à $n-1$ degrés de liberté (99). Nous avons retenu des intervalles de confiance de 95%.

2) MESURES QUANTITATIVES

a) Connexité des phases γ et γ'

L'évolution du nombre de connexité de la phase γ' par unité de surface, $N_A(\gamma')$ en fonction du temps de fluage, est illustrée à la figure IV-26, où sont également indiqués les temps de début de stade de fluage secondaire (t_s) et de début de stade tertiaire (t_t).

Dans tous les cas, $N_A(\gamma')$ décroît fortement, de près d'un facteur 100, pendant le fluage primaire. Pour le 221, cette décroissance est plus forte sous la contrainte la plus élevée. Dans le cas de l'alliage 211 flué sous 140 MPa, $N_A(\gamma')$ reste positif durant la totalité de l'essai de fluage, ce qui traduit le fait que la phase γ garde un caractère globalement enveloppant dans cet alliage.

Dans l'alliage 221, par contre, et pour les deux niveaux de contrainte envisagés, $N_A(\gamma')$ change de signe. Cette transition se produit approximativement au début du stade secondaire soit vers 25h de fluage sous 180 MPa et vers 100h sous 140 MPa. Au delà de ces temps de fluage, la phase γ' , initialement enveloppée, devient donc enveloppante. La mesure de $N_A(\gamma')$ permet donc la confirmation de ce que nous avons avancé en IV-C-1-2 lors de la description qualitative des évolutions de microstructure.

Les courbes de la figure IV-26 présentent toutes une valeur minimale qui est atteinte avant le temps à rupture. Les temps pour lesquels ces minima sont atteints sont en bonne corrélation avec le début du fluage tertiaire et le stade d'augmentation catastrophique de la vitesse de fluage. La déformation plastique de fluage est proche de 1% dans tous les cas.

Durant la dernière phase des essais de fluage où la quasi-totalité de la déformation se produit, $N_A(\gamma')$ croît donc algébriquement. Dans le cas d'une phase γ' totalement connexe enveloppant des particules γ , situation extrême dont la microstructure du 221 flué 250h sous 140 MPa (fig. IV-15) ne semble pas très éloignée, la croissance de $N_A(\gamma')$ signifierait que le nombre d'objets γ par unité de surface diminue et donc que γ "coalesce" dans une matrice γ' . Cette coalescence de γ , assistée par la déformation, se produirait par branchement dans des directions obliques de plaquettes γ initialement allongées dans le plan perpendiculaire à la contrainte.

Sous plus forte contrainte (180 MPa), il ne semble pas que la situation extrême décrite plus haut soit atteinte, bien que $N_A(\gamma')$ soit négatif au-delà de 25h de fluage. Après 50h de fluage environ où se situe le minimum de $N_A(\gamma')$ ($\approx -0,13 \mu\text{m}^{-2}$), des plaquettes γ' entourées par de la phase γ subsistent (fig. IV-16). Le mécanisme qui conduit à la croissance algébrique de $N_A(\gamma')$ au-delà de 50h de fluage semble cependant être le même que sous 140 MPa, et intervient ici encore durant la partie de l'essai où se produit la quasi-totalité de la déformation.

Dans le cas du 211 fluant sous 140 MPa et où γ demeure la phase enveloppante (fig. IV-17), la croissance de $N_A(\gamma')$ à partir de 60h environ semble toujours correspondre à la création de couloirs de phase γ inclinés. L'effet de ces couloirs inclinés semble ici être de diminuer la longueur des particules γ' . Il s'ensuit une augmentation du nombre de particules par unité de surface.

b) Anisotropie

Les roses des directions des squelettes des phases γ et γ' aux divers stades de fluage sont illustrées à la figure IV-27, pour les six directions d'analyse possibles, ie dont les angles par rapport à la direction de la contrainte sont 0° , 90° , 30° , 60° .

Ces roses ont été obtenues après une ouverture d'un pixel (érosion suivie d'une dilatation) afin de réduire les aspérités de surface. Nous avons d'autre part estimé que de légères disymétries des roses par rapport à l'axe de la contrainte provenaient soit d'un écart entre l'axe de la contrainte et la direction cristallographique $[001]$ ou d'écarts à la moyenne statistique. Nous avons choisi de convertir les roses en représentation symétrique par rapport à l'axe de la contrainte, ie d'attribuer pour les directions à 30° le poids moyen des directions à $+30^\circ$ et -30° et pareillement pour les directions à $\pm 60^\circ$.

L'observation des roses des directions des squelettes des deux phases nous suggère plusieurs remarques :

- L'anisotropie des squelettes est la plus forte après 20h de fluage (fig. IV-27 a_1, b_1, c_1) où les directions perpendiculaires à la contrainte sont largement dominantes, suivies par celles orientées à 60° par rapport à la contrainte. La suite des essais de fluage conduit à une diminution des proportions de longueur de squelette orientées perpendiculairement à la contrainte.

- Dans le cas du 221, pour les deux niveaux de contrainte envisagés, les roses conservent un caractère nettement élané tant que la déformation plastique ne dépasse pas 1 à 1,5% (fig. IV-27 a_1, a_2, a_3, b_1, b_2). Après rupture, les roses des deux phases sont presque équivalentes. Sous 140 MPa, l'élanement de la rose de γ' est plus important que celui de la rose de γ après 20h, durant le stade primaire (fig. IV-27a₁). Après 100h de fluage (fig. IV-27a₂), durant le stade secondaire, les roses des deux phases sont strictement identiques. L'anisotropie moins marquée par rapport au stade précédent provient principalement de l'augmentation de longueurs de squelettes orientées à 60° par rapport à la contrainte, avec une légère contribution des longueurs à 30° et parallèles à la contrainte. Lorsque le régime de fluage tertiaire est atteint (250h, fig. IV-27a₃), l'élanement du squelette de γ devient supérieur à celui de γ' , car le squelette de γ' possède alors une plus grande proportion de segments parallèles à la contrainte ou à 30° de celle-ci. Sous 180 MPa, l'évolution de l'allure des roses des directions est comparable : au début du stade secondaire (20h, fig. IV-27b₁), les roses des deux

squelettes sont identiques et ont un aspect très proche de celui des roses correspondant au stade secondaire sous 140 MPa. Après 50h de fluage (fig. IV-27b₂), lorsque le stade tertiaire est atteint, l'élancement de la rose de la phase γ devient plus grand que celui de la rose de la phase γ' . Il semble donc que pour le 221, il existe une bonne corrélation entre les aspects respectifs des roses de γ et γ' et les stades de fluage : l'accroissement latéral des précipités γ' en tout début de fluage se traduit par un rapide élancement de la rose du squelette de cette phase. L'élancement du squelette de γ démarre plus lentement, mais devient comparable à celui du squelette de γ' : c'est la fin du stade de fluage primaire. Durant le stade secondaire, les roses correspondant aux deux phases conservent des aspects très proches. Le passage en fluage tertiaire coïncide avec l'établissement d'un squelette γ plus élancé dans la direction perpendiculaire à la contrainte que celui de γ' .

- Dans le cas du 211 fluant sous 140 MPa (fig. IV-27c), l'anisotropie des squelettes γ et γ' est nettement inférieure à celle observée pour le 221 sous la même contrainte, tant que la déformation plastique ne dépasse pas 2% environ. Après 20h de fluage, les roses de γ' du 221 fluant sous 180 MPa et du 211 sous 140 MPa ont un aspect très voisin (fig. IV-27b₁ et c₁). Contrairement à ce qu'on observe dans le 221, dans le 211, la rose du squelette de γ ne parvient à aucun moment à devenir plus élancée que celle de γ' , car le squelette γ possède une plus grande proportion de longueur orientée parallèlement à la contrainte ou à 30° de celle-ci.

Les différences d'anisotropie observées entre les deux alliages proviennent donc pour une large part de différences dans la morphologie de la phase γ : l'élancement de cette phase est plus prononcé dans le 221 pour les deux niveaux de contrainte que dans le 211 sous 140 MPa.

c) Mesures relatives à la taille

L'évolution des traversées moyennes de la phase γ' ($L_{//}(\gamma')$) dans la direction de la contrainte est indiquée à la figure IV-28 en fonction du temps de fluage pour les différents essais envisagés.

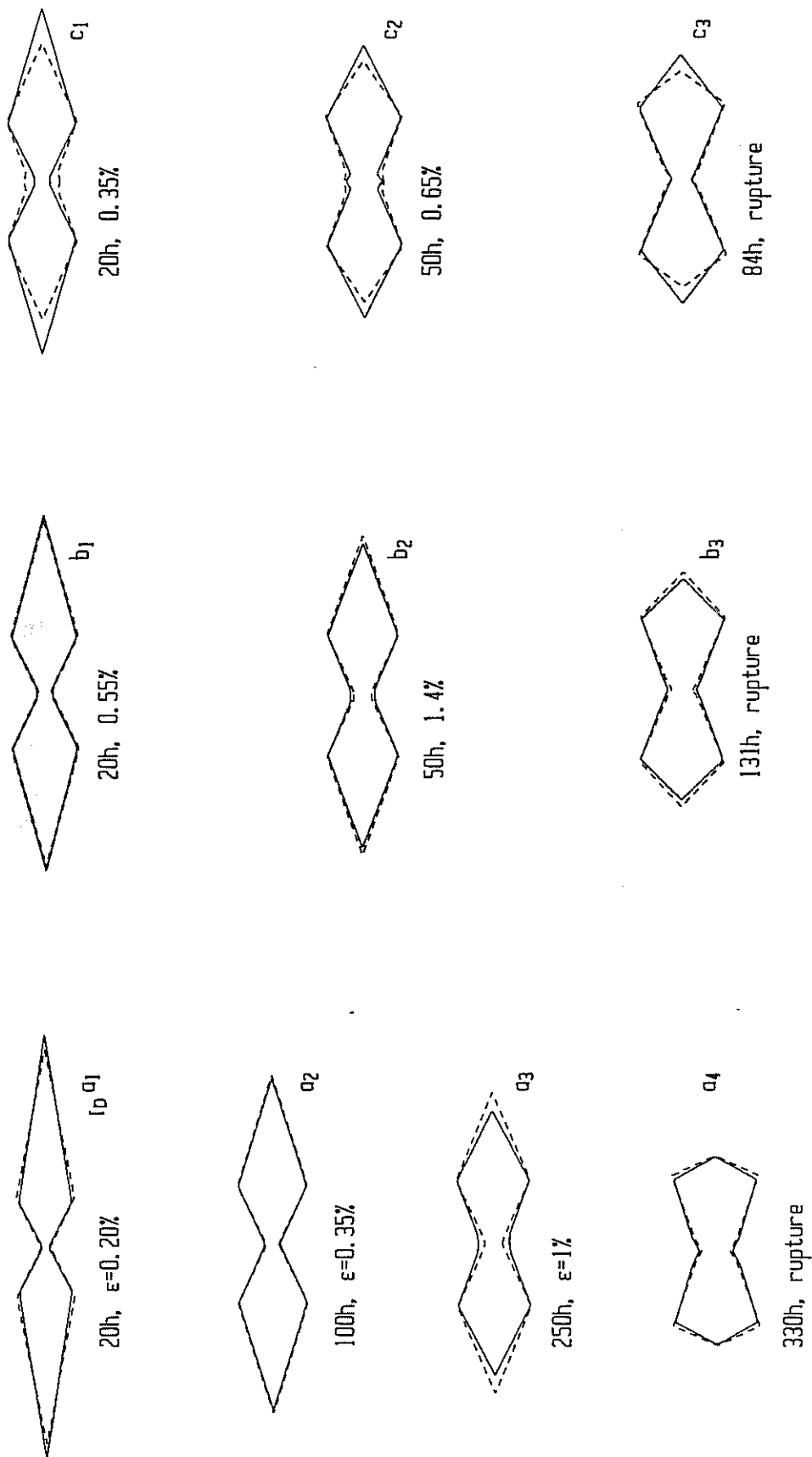


Figure IV-27 : Evolution avec le temps de fluage des roses des directions des squelettes des phases γ et γ'

- a) Alliage 221 sous 140 MPa
- b) Alliage 221 sous 180 MPa
- c) Alliage 211 sous 140 MPa.

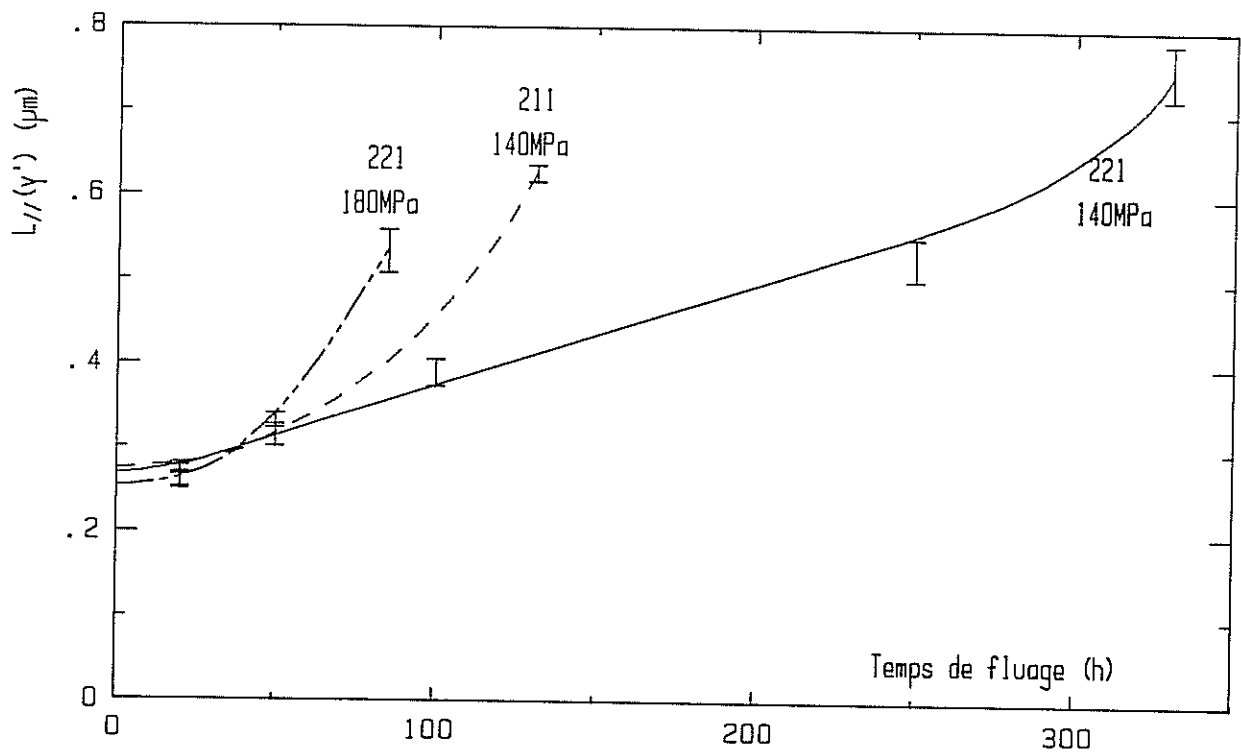


Figure IV-28 : Evolution des traversées moyennes de la phase γ' dans le sens de la contrainte en fonction du temps de fluage.

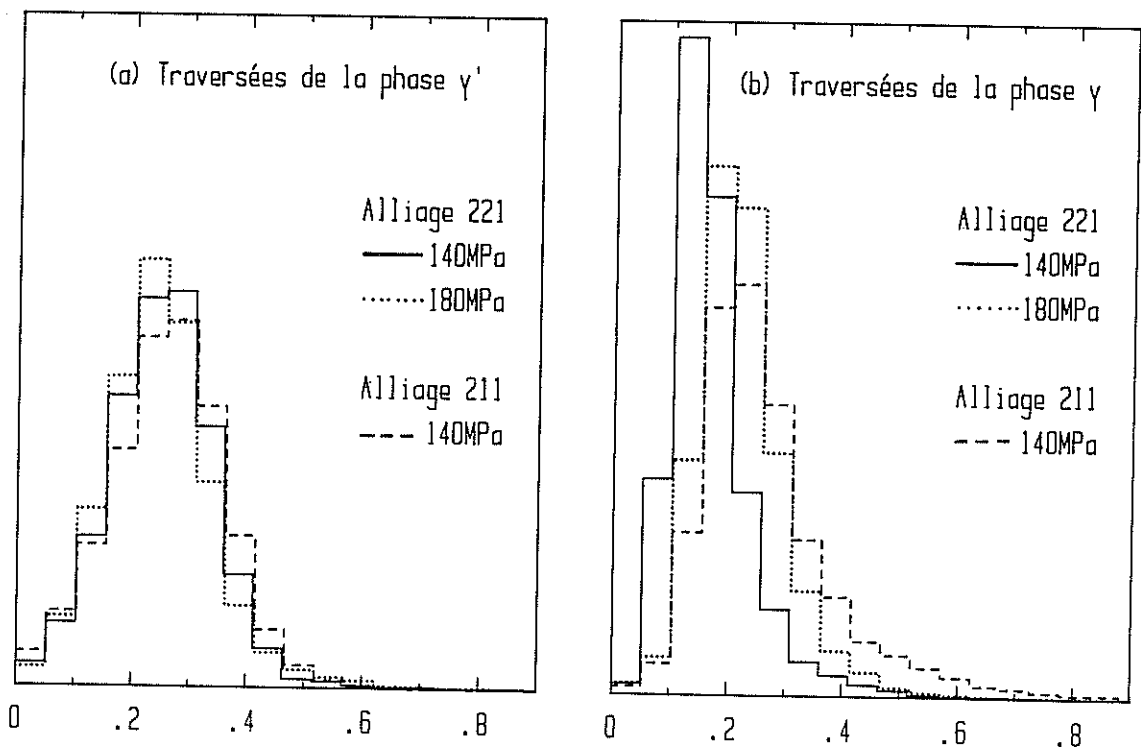


Figure IV-29 : Histogrammes des traversées dans le sens de la contrainte des phases γ' (a), et γ (b), après 20h de fluage.

Lorsque la rupture intervient, ces traversées ont été multipliées par un facteur 2 à 3 par rapport à la microstructure initiale avant fluage. Les formes des trois courbes de la figure IV-28 sont très comparables pendant les vingt premières heures de fluage. Durant ce stade, l'épaisseur de γ' n'augmente pas et reste comparable à la taille des cuboïdes γ' initiaux. Comme le montre la figure IV-29a, les histogrammes de traversées de phase γ' après 20h de fluage dans le cas du 221 sous 140 MPa et 180 MPa et dans celui du 211 sous 140 MPa ont des allures comparables. Au delà de 20h, $L_{//}(\gamma')$ commence à croître, et ceci d'autant plus vite que le temps à rupture est court.

Les évolutions des traversées moyennes de la phase γ parallèlement à la contrainte ($L_{//}(\gamma)$) sont indiquées à la figure IV-30. A la figure IV-31 sont comparées les variations de $L_{//}(\gamma)$ et de $L_{//}(\gamma')$ en fonction du temps de fluage de l'alliage 221 sous 140 MPa. Dans l'état de traitement thermique initial, nous avons estimé $L_{//}(\gamma)$ en supposant une distribution de précipités γ' de taille unique comme l'illustre la figure IV-32, ce qui aboutit à la relation :

$$L(\gamma) = L(\gamma') (f_v^{\gamma'} - 1)^{-1/3} \quad (IV-20)$$

Les traversées moyennes de la phase γ dans la direction de la contrainte sont multipliées par un facteur 10 environ durant l'essai de fluage, soit nettement plus que pour la phase γ' (voir par exemple fig. IV-31). De plus, contrairement à $L_{//}(\gamma')$, $L_{//}(\gamma)$ évolue dès le début du fluage différemment suivant l'alliage et suivant l'amplitude de la contrainte. L'alliage le moins résistant, le 211, connaît la croissance de $L_{//}(\gamma)$ la plus forte, même lorsqu'on la compare à celle observée dans le 221 sollicité sous 180 MPa, contrainte pour laquelle la durée de vie du 221 est alors inférieure à celle du 211 sous 140 MPa. Comme le montre la figure IV-29b, après 20h de fluage, une contrainte plus forte donne pour le 221 un histogramme des traversées décalé vers les grandes traversées, mais sans que la largeur de la distribution soit élargie de façon appréciable. Par contre, la plus grande valeur de $L_{//}(\gamma)$ dans le 211 à ce stade correspond à une distribution de traversées plus large du côté des grandes tailles, avec notamment une proportion de traversées supérieures à 0,4 μm nettement plus grande que celle relative au 221 sous les deux niveaux de contrainte.

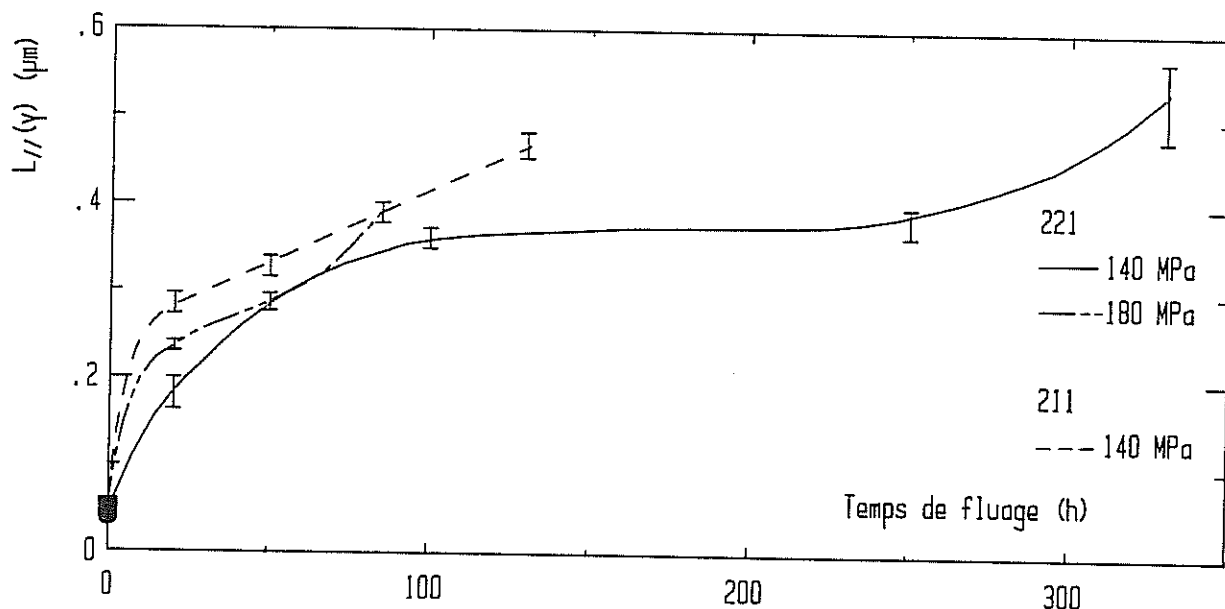


Figure IV-30 : Evolution des traversées de la phase γ dans le sens de la contrainte en fonction du temps de fluage.

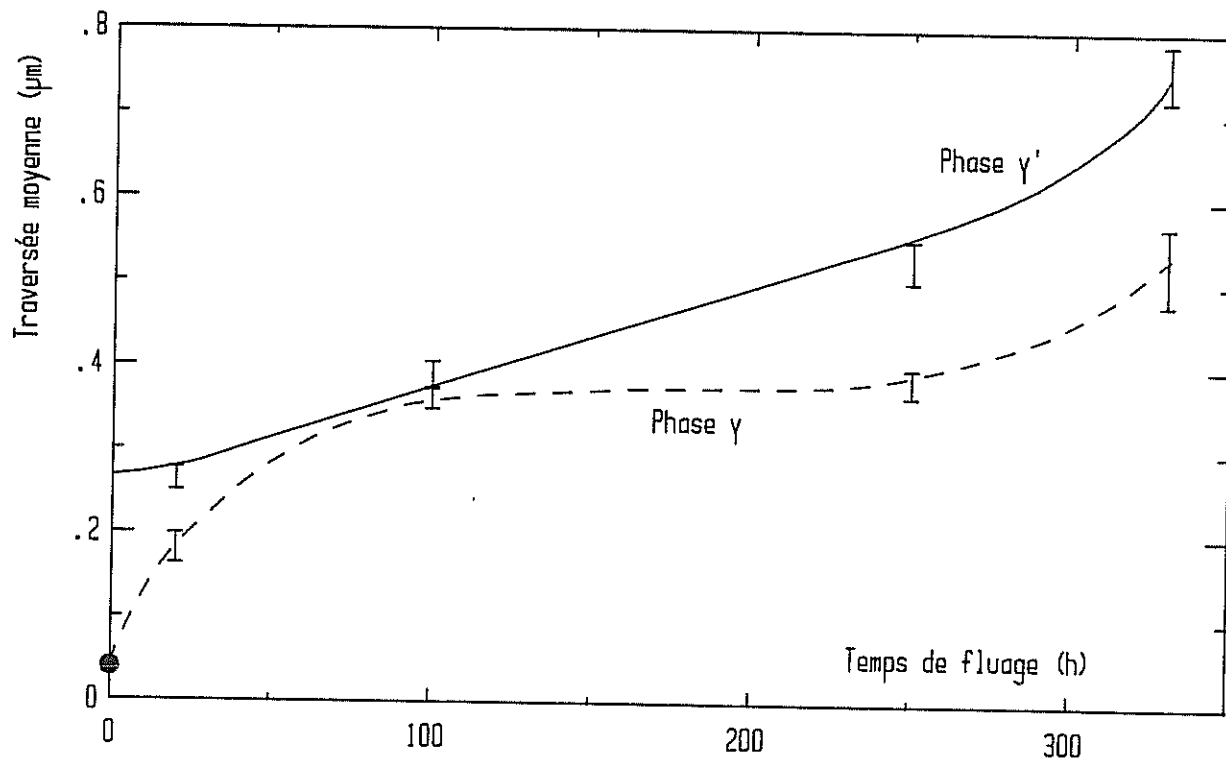


Figure IV-31 : Comparaison des évolutions des traversées des phases γ et γ' en fonction du temps de fluage (Alliage 221, 140 MPa).

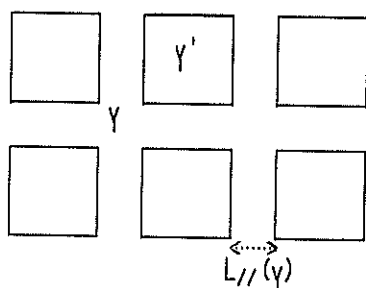


Figure IV-32 : Distribution des précipités γ' utilisée pour l'estimation de la traversée moyenne de la phase γ avant fluage.

Notons que dans le 221 flué sous 140 MPa, il existe un stade qui correspond relativement bien à celui du fluage secondaire et où $L_{//}(\gamma)$ reste pratiquement constant. Dans les autres cas, alliages 221 fluant sous 180 MPa et 211 sous 140 MPa, l'on ne retrouve pas l'existence d'un tel stade.

Afin de permettre d'estimer les longueurs moyennes de particules connexes γ et γ' , nous avons indiqué au tableau IV-7, rapportées à l'unité de surface, les nombres de connexité de la phase γ' ainsi que les longueurs de squelette de γ et γ' . En utilisant les équations IV-15 à IV-19, il est possible d'encadrer la longueur moyenne L de squelette des objets connexes de la phase globalement enveloppée, à condition d'introduire un minorant de la longueur moyenne correspondant à la phase globalement enveloppante. Un tel minorant peut être recherché en observant les figures IV-15 à IV-17. Les hypothèses correspondantes et leur implications sont indiquées au tableau IV-8. Les estimations correspondantes appellent plusieurs remarques :

- au bout de 20h de fluage, les valeurs de $L_{\gamma'}$, atteintes dans le 221 pour les deux niveaux de contrainte sont au moins 3 fois supérieures à celles observées dans le 211, pour lequel $L_{\gamma'}$ est de l'ordre de $2,5 \mu\text{m}$. Dans cet alliage, la longueur moyenne des particules γ' connexes n'atteint jamais $25 \mu\text{m}$.

- Dans le cas de l'alliage 221, à la fin de l'essai de fluage, où se produit la quasi-totalité de la déformation plastique (au delà de 250h sous 140 MPa et au delà de 50h sous 180 MPa), L_{γ} semble croître. Durant ce stade final de l'essai de fluage où la phase γ' est enveloppante, une croissance de L_{γ} confirmerait l'idée que la phase γ coalesce dans une matrice γ' sous l'effet de la déformation. La longueur moyenne des particules connexes de phase γ passerait ainsi par un minimum lorsque la déformation de fluage est de l'ordre de 1%. Ce minimum est inférieur à $13 \mu\text{m}$.

Bien que ces paramètres n'aient pas une signification physique très claire, nous avons représenté les longueurs de squelette des phases γ et γ' par unité de surface $A_A(\text{Sq}(\gamma))$ et $A_A(\text{Sq}(\gamma'))$ en fonction du temps de fluage (fig. IV-33 à IV-35). Sous une contrainte de 140 MPa, on observe pour les deux alliages que $A_A(\text{Sq}(\gamma'))$ décroît fortement durant le fluage primaire, puis

	Temps de fluage (h)	Nombre de connexité de la phase γ' $N_A(\gamma') (\mu\text{m}^{-2})$	Longueur de squelette γ par u. de surface μm^{-1}	Longueur de squelette γ' par u. de surface μm^{-1}
Alliage 221 140 MPa	20h	$0,16 \pm 0,046$	$2,40 \pm 0,07$	$2,36 \pm 0,10$
	100h	$-0,004 \pm 0,017$	$1,44 \pm 0,03$	$1,44 \pm 0,03$
	250h	$-0,093 \pm 0,029$	$1,19 \pm 0,03$	$1,40 \pm 0,05$
	330h(Rupt.)	$-0,044 \pm 0,008$	$0,92 \pm 0,05$	$1,05 \pm 0,06$
Alliage 221 180 MPa	20h	$0,0859 \pm 0,022$	$2,21 \pm 0,06$	$2,20 \pm 0,04$
	50h	$-0,133 \pm 0,014$	$1,73 \pm 0,02$	$1,86 \pm 0,04$
	84h(Rupt.)	$-0,058 \pm 0,018$	$1,20 \pm 0,02$	$1,36 \pm 0,02$
Alliage 211 140 MPa	20h	$0,70 \pm 0,13$	$2,31 \pm 0,05$	$1,84 \pm 0,04$
	50h	$0,024 \pm 0,06$	$2,02 \pm 0,04$	$1,79 \pm 0,07$
	131h(Rupt.)	$0,064 \pm 0,014$	$1,04 \pm 0,03$	$1,08 \pm 0,05$

TABLEAU IV-7 : Mesures du nombre de connexité de γ' par unité de surface et de longueur de squelette γ et γ' par unité de surface, pour les différents stades de fluage.

Temps de fluage	Alliage 221 140 MPa	Alliage 221 180 MPa	Alliage 211 140 MPa
20h	$L_{Y'} < 15\mu\text{m}$ $L_Y > 20\mu\text{m} \Rightarrow L_{Y'} > 8\mu\text{m}$	$L_{Y'} < 25\mu\text{m}$ $L_Y > 20\mu\text{m} \Rightarrow L_{Y'} > 11\mu\text{m}$	$L_{Y'} < 2,6\mu\text{m}$ $L_Y > 20\mu\text{m} \Rightarrow L_{Y'} > 2,2\mu\text{m}$
50h		$L_Y < 13\mu\text{m}$ $L_{Y'} > 10\mu\text{m} \Rightarrow L_Y > 5\mu\text{m}$	$L_{Y'} < 25\mu\text{m}$ $L_Y > 20\mu\text{m} \Rightarrow L_{Y'} > 10\mu\text{m}$
84h		$L_Y < 20\mu\text{m}$ $L_{Y'} > 30\mu\text{m} \Rightarrow L_Y > 12\mu\text{m}$	
131h			$L_{Y'} < 17\mu\text{m}$ $L_Y > 10 \Rightarrow L_{Y'} > 6\mu\text{m}$
250h	$L_Y < 13\mu\text{m}$ $L_{Y'} > 20\mu\text{m} \Rightarrow L_Y > 8\mu\text{m}$		
330h	$L_Y < 21\mu\text{m}$ $L_{Y'} > 40\mu\text{m} \Rightarrow L_Y > 13\mu\text{m}$		

TABLEAU IV-8 : Estimation de la longueur moyenne de squelette des particules connexes de la phase globalement enveloppée.

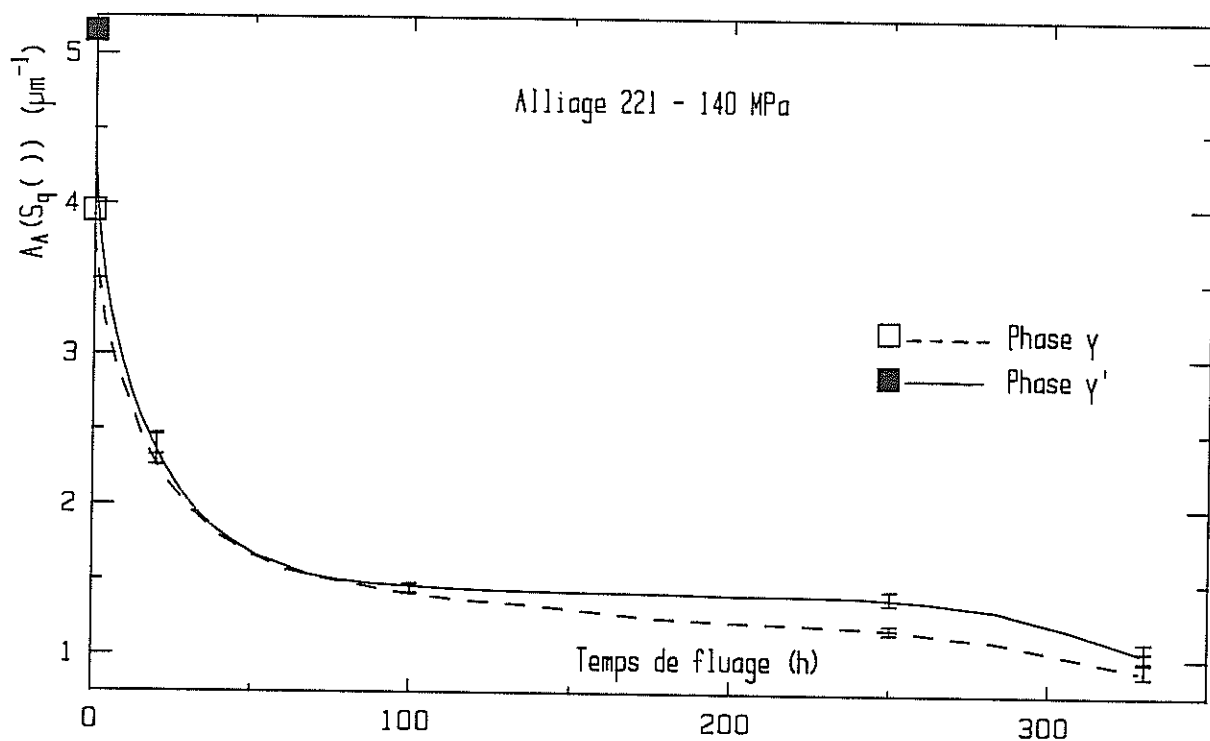


Figure IV-33 : Evolution des longueurs de squelette des phases γ et γ' par unité de surface .
Alliage 221 pour une contrainte de 140 MPa.

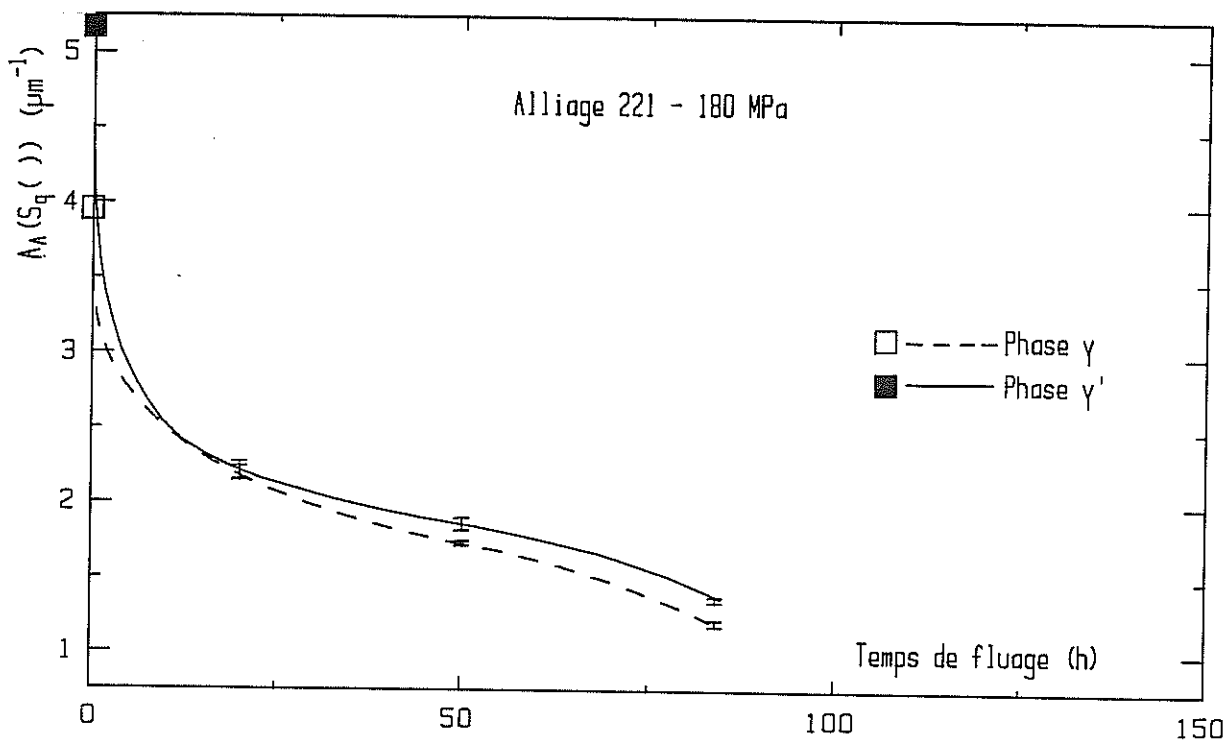


Figure IV-34 : Evolution des longueurs de squelette des deux phases par unité de surface.
Alliage 221 pour une contrainte de 180 MPa.

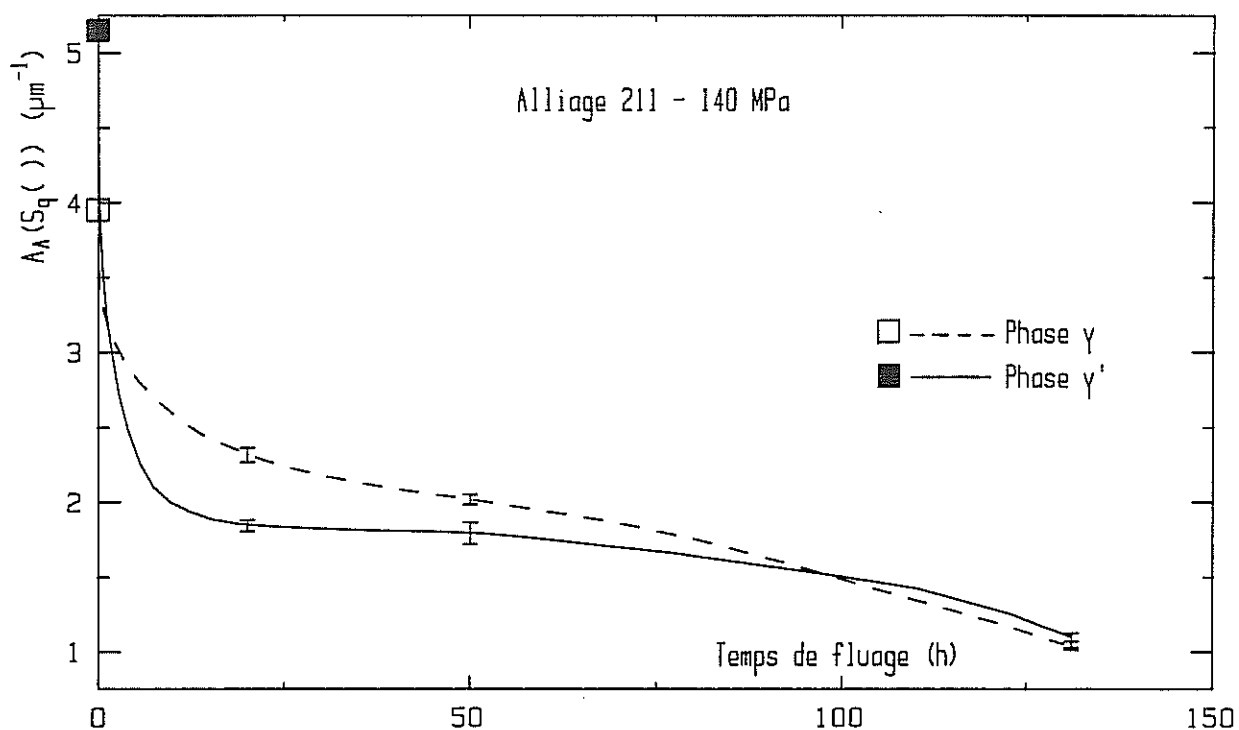


Figure IV-35 : Evolution des longueurs de squelette des deux phases par unité de surface. Alliage 211 pour une contrainte de 140 MPa.

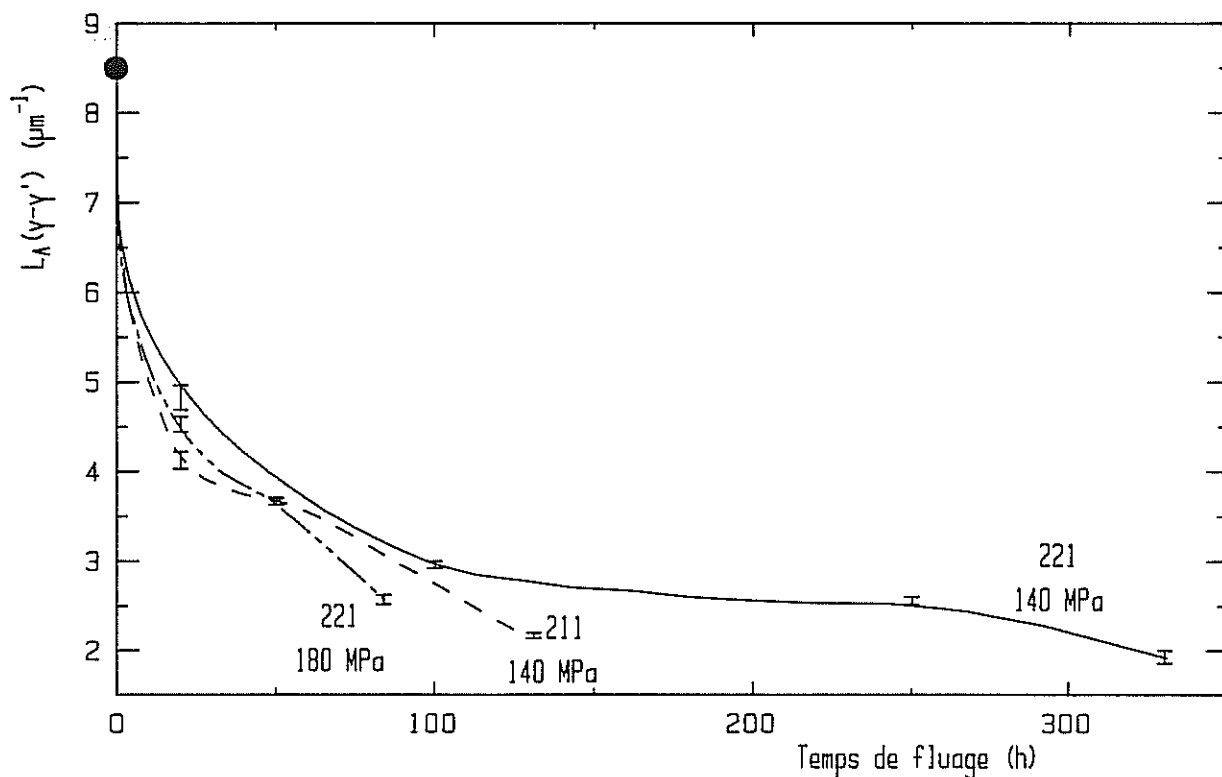


Figure IV-36 : Evolution en cours de fluage du périmètre spécifique d'interface γ - γ' .

garde une valeur sensiblement constante durant le stade secondaire avant de décroître à nouveau pendant le stade tertiaire. Dans le 221 fluant sous 180 MPa, le stade secondaire est quasiment inexistant et la décroissance de $A_A(Sq(\gamma'))$ est continue. Dans cet alliage, pour les deux niveaux de contrainte, les longueurs de squelette des deux phases sont pratiquement identiques durant la fin du stade primaire. Durant le stade secondaire, $A_A(Sq(\gamma))$ devient inférieur à $A_A(Sq(\gamma'))$. Dans le 211, la longueur du squelette de phase γ' décroît plus fortement durant le stade primaire que dans le cas du 221, et reste inférieure à celle du squelette de γ jusqu'à environ 75% de la durée de vie.

Le périmètre spécifique d'interface $\gamma-\gamma'$ (fig. IV-36) varie en fonction du temps de fluage de manière analogue aux longueurs de squelette par unité de surface. Il décroît fortement durant le stade primaire (d'un facteur 2 à 2,5), puis reste quasiment constant durant le stade secondaire avant de décroître à nouveau de façon plus nette durant le stade tertiaire.

3) RECAPITULATION DES RELATIONS ENTRE PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DE LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES EN FLUAGE

Les deux alliages envisagés sont le 221 et 211 qui, à 1050°C, ont des fractions volumiques de phase γ' de respectivement 68% et 63% et des écarts paramétriques de respectivement $-2,3 \times 10^{-3}$ et $\approx -1 \times 10^{-3}$.

L'alliage le plus résistant au fluage à 1050°C sous 140 MPa est le 221. Cet alliage développe durant les 20 premières heures de fluage un élanement de la microstructure dans le plan perpendiculaire à la contrainte très supérieur à celui observé dans le 211 : on note que le squelette de γ est nettement plus anisotrope dans 221. Dans le 211, les couloirs de γ parallèles à la contrainte restent fréquents. Il s'ensuit que l'épaisseur moyenne de γ est plus grande, avec une distribution en taille plus large, alors que les épaisseurs de phase γ' sont comparables dans les deux alliages à ce stade. La longueur moyenne de particules γ' connexes est après 20h de l'ordre de 8 à 15 μm dans le 221 alors qu'elle n'est que de 2,5 μm dans le 211.

Dans le 221, le squelette de γ devient ultérieurement plus anisotrope que

celui de γ' , ce qui n'est pas le cas pour le 211. De même, dans ce dernier alliage, la phase γ reste globalement enveloppante durant la totalité de l'essai de fluage, alors que dans le 221 la phase γ' devient enveloppante après environ 100h de fluage sous 140 MPa et environ 25h de fluage sous 180 MPa.

Pour ce dernier alliage, nous avons résumé les relations entre les différents stades de fluage à la figure IV-37. L'on remarque notamment que le stade secondaire est caractérisé par le fait que la phase γ' y devient la phase enveloppante, et que le stade tertiaire intervient lorsque la microstructure consiste en une phase γ' proche de la connexité totale contenant des plaquettes allongées de phase γ . L'importante déformation plastique du stade tertiaire conduit à la coalescence de la phase γ par interconnexion des plaquettes dans des directions intermédiaires entre celle de la contrainte et celle perpendiculaire à la contrainte. La description des évolutions de la morphologie de la microstructure en termes de coalescence orientée sous contrainte de la phase γ' , que l'on retrouve fréquemment dans la littérature, par exemple dans les références (36, 39, 42, 48, 83, 84) paraît donc insuffisante.

Il paraît vraisemblable de penser que les relations indiquées à la figure IV-37 ne sont pas spécifiques à l'alliage 221, mais puissent être étendues à des alliages comme l'AM1 ou le 210-Nb, qui, s'ils ont des compositions différentes, ont des propriétés physiques (écart paramétrique, fraction volumique de phase γ') et résistance en fluage comparables à celles du 221 à 1050°C.

La réalisation de mesures à d'autres températures que 1050°C et l'établissement d'une cartographie de paramètres morphologiques appropriés en fonction du temps, de la température et la contrainte de fluage pourrait revêtir un intérêt industriel : l'inspection de la microstructure d'une zone d'une pièce, dont le temps en service est connu et dont la sollicitation principale est le fluage uniaxial selon une direction $[001]$, permettrait alors probablement d'estimer le couple température/contrainte local.

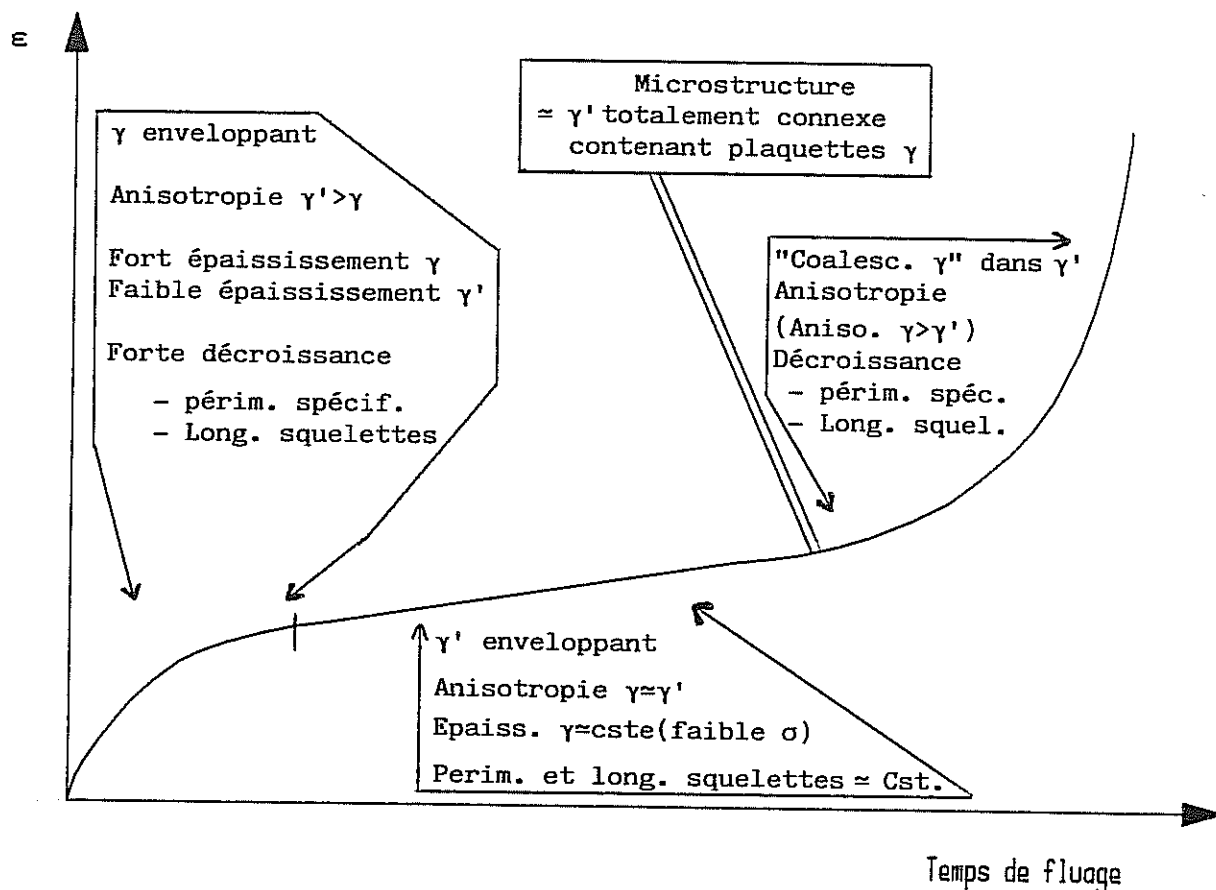


Figure IV-37 : Relation entre les paramètres morphologiques de la microstructure et les différents stades du fluage, pour l'alliage 221.

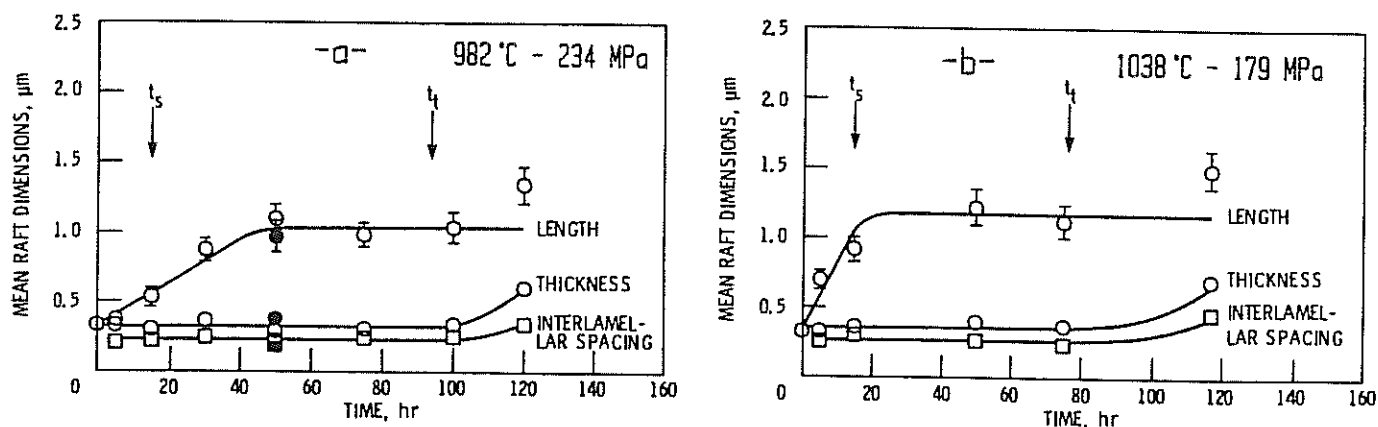


Figure IV-38 : Evolution de la "longueur" et de l'épaisseur des plaquettes γ' ainsi que de l'épaisseur des plaquettes γ , en fonction du temps de fluage de l'alliage MMT 143, d'après (84).
a) Fluage à 982 °C sous 234 MPa. b) Fluage à 1038 °C sous 179 MPa.

4) COMPARAISON AVEC DES MESURES DE PARAMETRES MORPHOLOGIQUES DE LA LITTERATURE

Si de très nombreuses études sur la coalescence orientée de la microstructure dans des monocristaux d'alliages base nickel d'orientation [001] peuvent être recensées dans la littérature, les tentatives d'évaluation quantitative des évolutions de morphologie sont restées l'exception.

Il semble que MacKay et Ebert (82-84), et dans une moindre mesure Nathal et Ebert (48, 89), soient les seuls à avoir abordé cet aspect.

Ces auteurs ont utilisé une technique d'intercept linéaire pour caractériser la "longueur" et l'épaisseur des plaquettes γ' et l'espacement inter-plaquettes. Ces notions correspondent dans l'ordre à la traversée moyenne de γ' perpendiculairement à la contrainte et aux traversées de γ' et γ dans le sens de la contrainte.

La figure IV-38 indique l'évolution de ces paramètres au cours du fluage à 982°C et 1038°C sous des contraintes de respectivement 234 et 179 MPa de l'alliage MMT 143 (84). MacKay et Ebert observent qu'aux deux températures, les traversées moyennes des deux phases parallèlement à la contrainte demeurent constantes durant le stade de fluage secondaire, et croissent durant le stade tertiaire. Dans l'alliage NASAIR 100, Nathal et Ebert (48) ont également observé que la phase γ' gardait une épaisseur constante durant le fluage secondaire à 1000°C.

Si nous avons bien observé dans le cas du 221 fluant à 1050°C sous 140 MPa que la traversée moyenne de γ restait sensiblement constante durant le stade secondaire (fig. IV-30), nous avons pour les deux alliages 221 et 211 observé que l'épaississement de γ' se produisait tout au long de l'essai de fluage.

Ces différences pourraient provenir du fait que la température que nous avons utilisée est plus élevée que celles utilisées par MacKay, Nathal et Ebert, et qu'ainsi une composante de coalescence en volume plus importante s'ajoute à la composante de coalescence orientée. Un tel effet d'une élévation de température avait été observé par Carry (26) sur l'alliage 01.

IV-D. CONCLUSION

Deux types de morphologie de coalescence peuvent être recensés lors de l'exposition en fluage uniaxial à haute température de monocristaux d'orientation [001] : la coalescence de type N avec la formation de plaquettes de phase γ' normales à la contrainte, et celle de type P qui correspond au développement, de batonnets γ' parallèles à la contrainte, ou de deux familles de plaquettes allongées dans les plans (100) et (010).

L'observation du type de coalescence se produisant dans les alliages de l'étude nous a permis d'établir une relation expérimentale entre type de coalescence et valeur de l'écart paramétrique à la température considérée : lorsque δ est négatif, le mode de coalescence observé est de type N, et la transition entre mode N et mode P est observée pour une valeur de δ comprise entre 0 et -2×10^{-3} .

Dans les limites du domaine de contrainte et d'écart paramétrique exploré, cette relation est correctement prévue par des modèles basés sur la théorie des inclusions d'Eshelby et sur des considérations de minimisation d'énergie élastique si l'on suppose qu'aux températures considérées le module d'Young de la phase γ' est supérieur à celui de la phase γ dans les matériaux considérés. Cette hypothèse ne paraît pas invraisemblable, bien qu'il n'existe pas suffisamment de données expérimentales pour la vérifier clairement.

Dans un deuxième temps, nous avons retenu l'exemple de deux alliages de l'étude, de composition voisine, le 221 et le 211, pour décrire la coalescence de type N à haute température sous faible charge (1050°C, 140 ou 180 MPa).

Grâce notamment à des mesures quantitatives de paramètres morphologiques par analyse d'images automatique de coupes longitudinales, il a été possible de distinguer les évolutions morphologiques de la microstructure des deux alliages, et de relier les divers stades du fluage à des caractéristiques morphologiques de la microstructure.

En particulier, l'alliage 221, qui est le plus résistant au fluage à 1050°C, est celui qui développe le plus fort élanement des phases γ et γ' dans le plan perpendiculaire à la contrainte, ce qui est en accord avec sa plus grande amplitude d'écart paramétrique. Le nombre de connexité de la phase γ' par unité de surface s'est révélé être un paramètre caractéristique assez sensible. Sa mesure a montré que la phase γ' devient en cours de fluage la phase enveloppante dans cet alliage. Par ailleurs, l'augmentation catastrophique de la vitesse de déformation qui caractérise le fluage tertiaire à 1050°C intervient lorsque la microstructure consiste d'une phase γ' quasiment totalement connexe contenant des plaquettes de phase γ allongées dans le plan perpendiculaire à la contrainte.

CHAPITRE V

MECANISMES DE DEFORMATION EN FLUAGE
A 1050°C DANS DES ALLIAGES A
FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE ' ELEVEE

V-A. STRUCTURES DE DISLOCATIONS AUX DIFFERENTS STADES DE FLUAGE

V-A.1. OBSERVATIONS RELATIVES AU FLUAGE A 1050°C

Nous avons dans le cas de l'alliage 221 observé par MET sur lames minces les structures de dislocations présentes à divers stades du fluage à 1050°C sous 140 MPa, ie après respectivement 1h, 20h et 100h de fluage, ainsi que dans l'état de traitement thermique initial. Nous rapporterons également des observations effectuées sur l'alliage CMSX-2 flué jusqu'à rupture à 1050°C sous 120 MPa. La similitude des propriétés physiques des deux alliages, ie fraction volumique de phase γ' et écart paramétrique, de leur résistance au fluage à 1050°C et de leurs morphologies de coalescence, incite en effet à penser que les structures de dislocations se développant au cours du fluage sont comparables.

1) ETAT INITIAL DE L'ALLIAGE 221

La figure V-1 illustre la microstructure typique de l'alliage 221 après le traitement thermique complet : 1290°C, 6h t. huile + 1150°C, 1h t.h. + 870°C, 16h. En dehors des sous-joints les dislocations sont en nombre très faible, et essentiellement confinées aux interfaces γ - γ' . Une densité de dislocations de 10^{12} m^{-2} , qui correspondrait à une dislocation pour quatre précipités distants de 0,5 μm , ne semble pas atteinte.

2) PREMIERS STADES DU FLUAGE SOUS 140 MPa (1h, $\epsilon = 0,02\%$)

Comme nous l'avons vu au chapitre IV, l'accolement des précipités γ' et la disparition des couloirs de phase γ parallèles à la contrainte a déjà commencé. Deux orientations de lames minces ont été choisies : [001] et [011]. Nous noterons tout d'abord que nous n'avons pas observé de dislocations dans les précipités γ' qui ne semblent donc pas cisailés à ce stade de la déformation.

L'observation d'une lame prélevée perpendiculairement à l'axe [001] de la contrainte a permis de montrer (fig. V-2) que la densité de dislocations avait considérablement augmenté, avec par endroits un début de formation de réseaux.

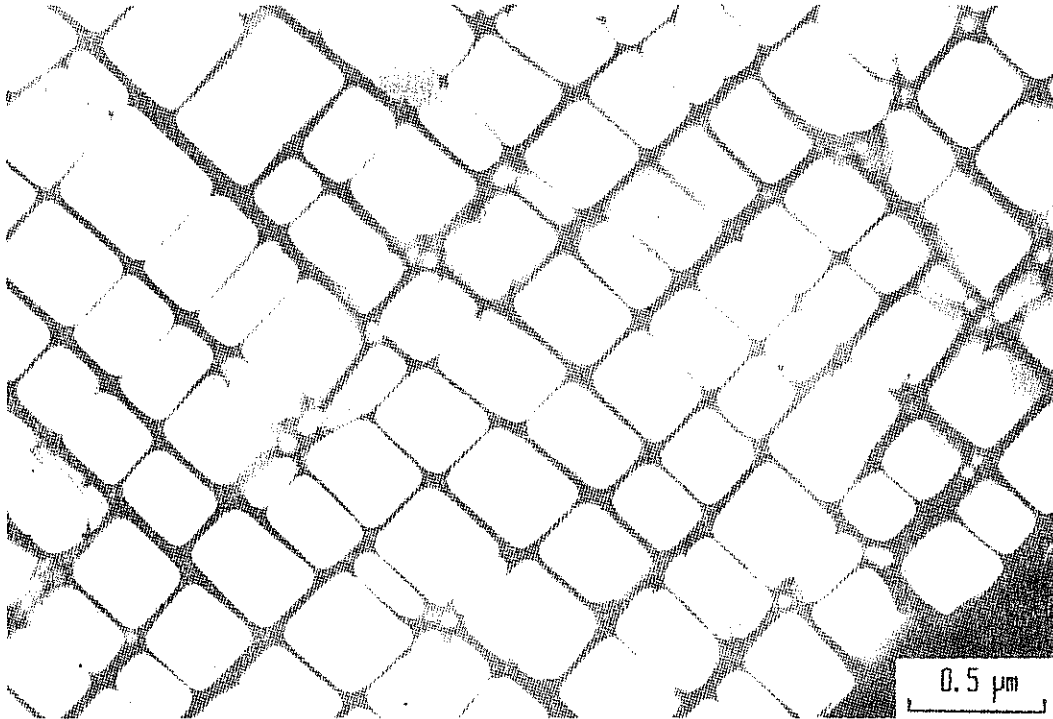


Figure V-1 : Microstructure typique de l'alliage 221 avant fluage.

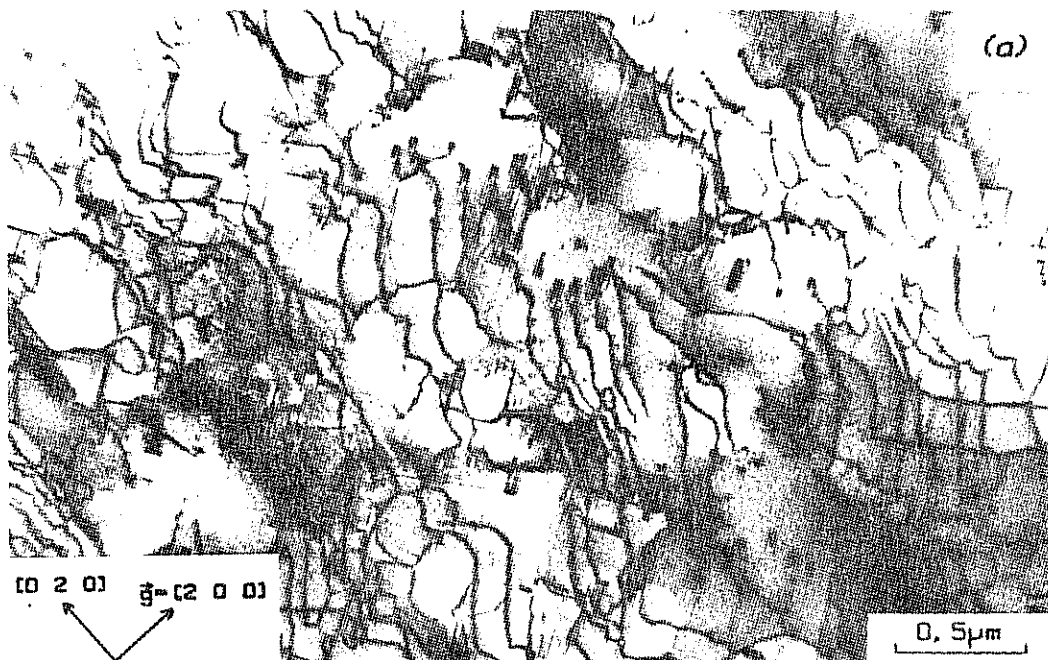


Figure V-2 : Structures de dislocations dans l'alliage 221 après 1h de fluage à 1050 °C sous 140 MPa. Observation d'une lame perpendiculaire à l'axe de la contrainte.

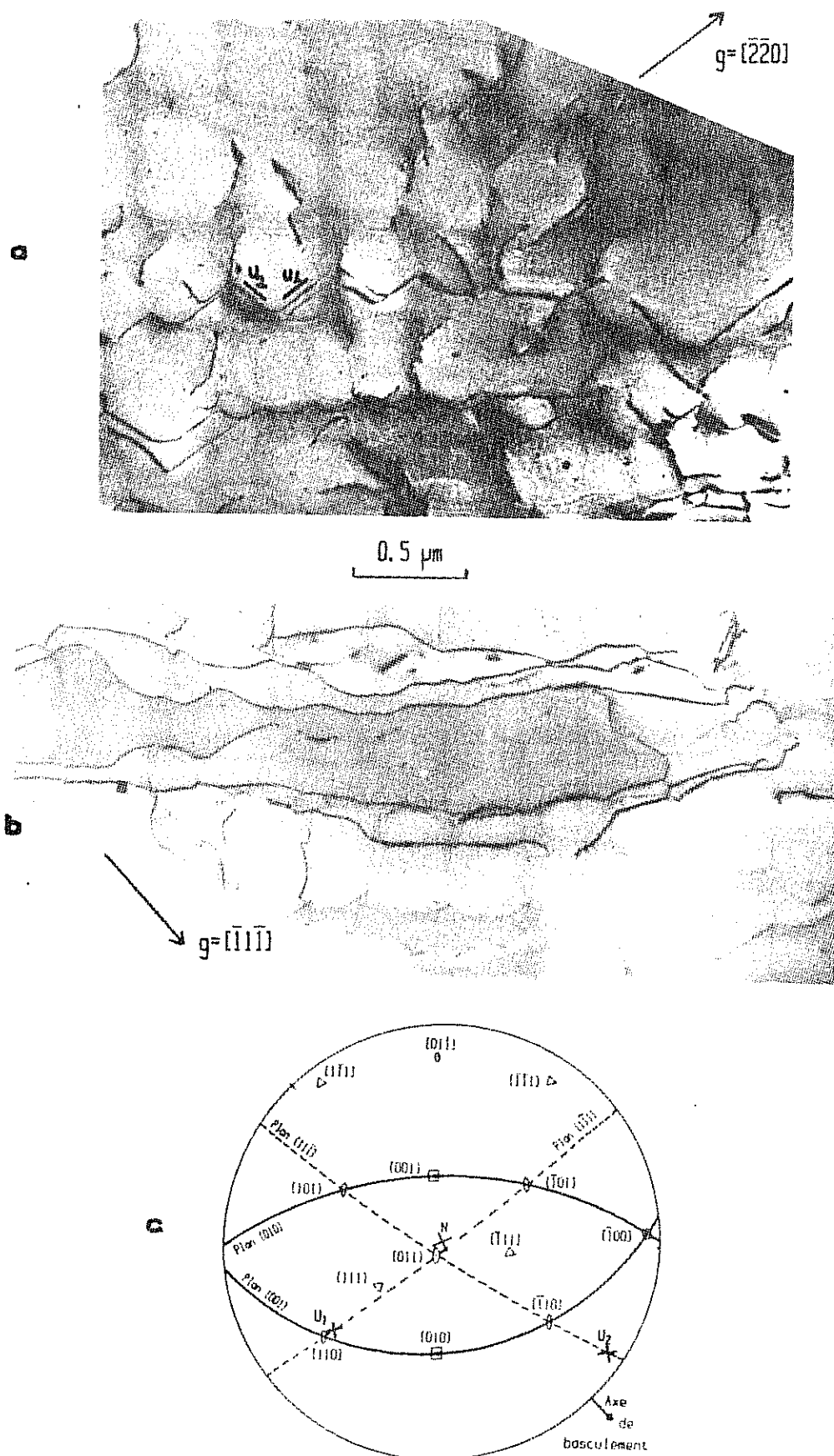


Figure V-3 : Structures de dislocations observées dans une lame $[011]$ de l'alliage 221, après 1h de fluage à 1050°C sous 140 MPa.
a) et b) : Configurations observées
c) : Projection stéréographique de la lame sur laquelle les segments u_1 et u_2 définis en (a) sont indiqués.

Les vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}[110]$ et $\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ n'ont que rarement été observés. Bien que les facteurs de Schmid correspondants soient nuls, ils auraient pu apparaître par recombinaison de vecteurs appartenant aux systèmes de glissement les plus sollicités. Presque toutes les dislocations sont confinées dans les interfaces $\gamma-\gamma'$, et plus précisément dans les interfaces (001). Leur vecteur de Burgers fait alors un angle de 45° avec ce type d'interface. Dans ces interfaces, elles sont le plus souvent orientées suivant les directions $[\bar{1}10]$ et $[110]$, formant ainsi un angle de 60° avec leur vecteur de Burgers.

Dans plusieurs régions de la lame observée, une analyse des signes de b montre qu'elles sont orientées de telle manière que leur composante coin tend à compenser l'écart à la cohérence, que l'interface soit parallèle à la contrainte ((100) ou (010)) ou perpendiculaire à celle-ci. L'efficacité de cette compensation est cependant réduite par rapport à celle qui serait apportée par des dislocations purement coin et dont le demi-plan serait perpendiculaire à l'interface. L'orientation suivant les directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$ des lignes de dislocation, directions qui sont les intersections entre des plans $\{111\}$ et les interfaces (001) indique également qu'à ce stade, la propagation des dislocations dans la matrice γ a lieu par glissement dans les plans $\{111\}$.

L'axe $[001]$ de la contrainte ayant été préalablement repéré, une lame d'orientation $[011]$ a été découpée et amincie. Son observation en MET a permis la mise en évidence de deux types de configurations (fig. V-3) :

1°) des dislocations faisant des zig-zag dans les interfaces $\gamma-\gamma'$ (fig. V-3a). Une analyse détaillée a montré que chaque segment appartenait à un plan de type $\{111\}$ et que les désorientations par rapport à un plan d'interface (001) ou (010) étaient faibles (voir par exemple la projection stéréographique correspondant à la figure V-3a). De telles configurations sont ici encore compatibles avec la propagation dans des plans $\{111\}$ de la matrice de dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, avec de fréquents évènements de glissement dévié entre plans $\{111\}$.

2°) De grandes longueurs de dislocations presque rectilignes et parallèles à la direction $[100]$, comprises dans le plan (011) de la lame ont également été observées (fig. V-3b). Leurs vecteurs de Burgers sont du type $\frac{1}{2}[011]$ ou $\frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$.

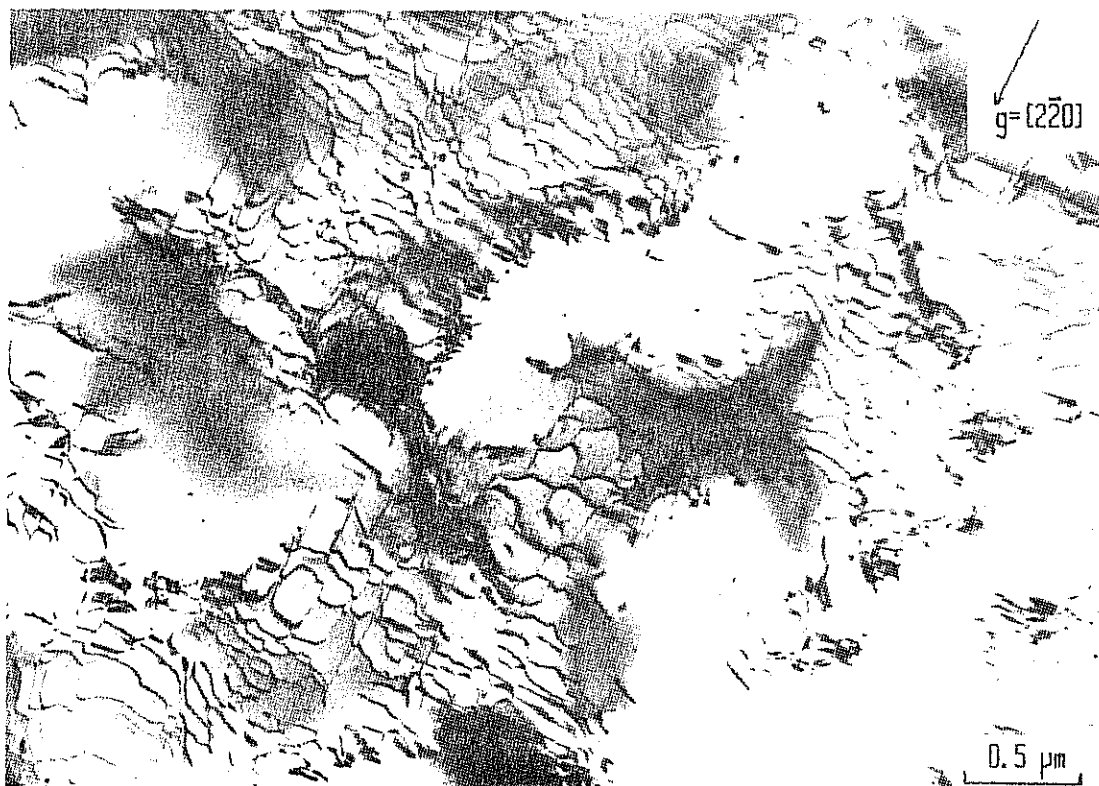


Figure V-4 : Structures de dislocations dans l'alliage 221 après 20h de fluage à 1050 °C sous 140 MPa. Observation d'une lame $[001]$.

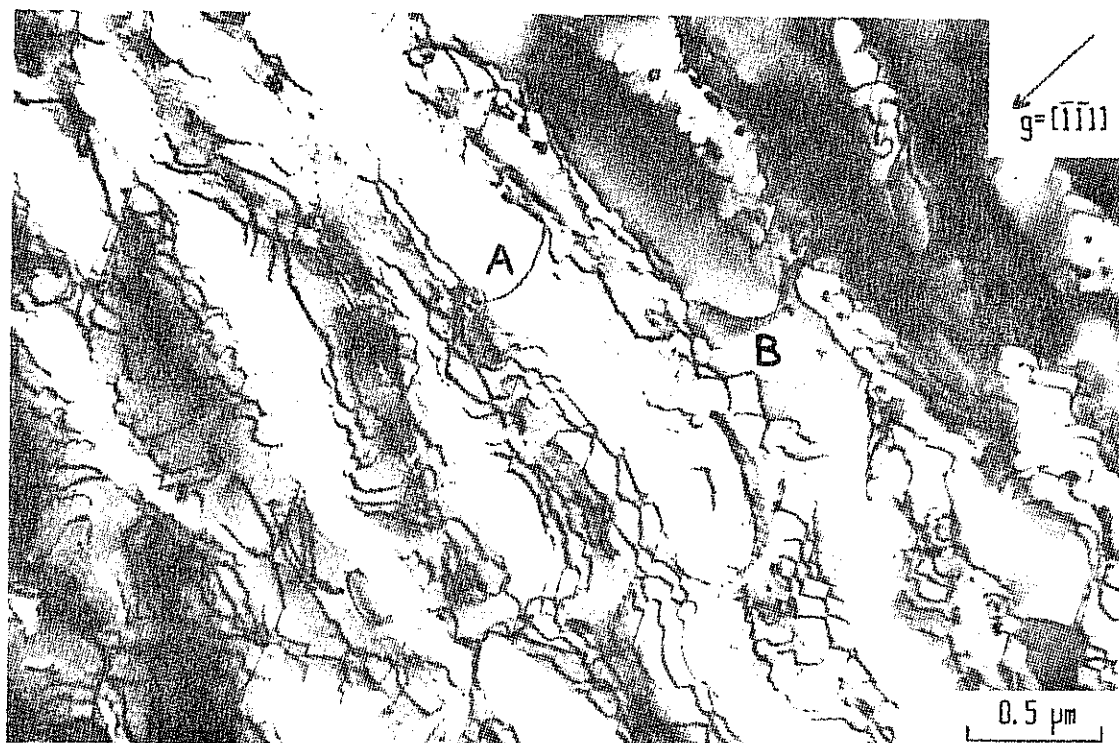


Figure V-5 : Alliage 221 après 20h de fluage à 1050 °C sous 140 MPa :
 Cisaillement de la phase γ' par des paires de dislocations.
 En A, $b = \frac{1}{2}[011]$ et en B, $b = \frac{1}{2}[110]$.
 La normale à la lame est $[111]$.

Ces directions semblent correspondre à l'évolution par montée dans les interfaces γ - γ' de type (010) ou (100) des configurations en zig-zag citées plus haut. Les dislocations réduisent ainsi leur tension de ligne et deviennent purement coin.

3) STRUCTURES PRESENTES APRES 20h DE FLUAGE SOUS 140 MPa

A ce stade où la microstructure "en radeaux" est déjà formée, l'observation d'une lame d'orientation [001] (fig. V-4) montre que les interfaces γ - γ' sont couvertes de réseaux de dislocations complexes irréguliers et que des dislocations sont maintenant présentes dans la phase γ' . Il semble donc que le développement de réseaux de dislocations d'interface et la mise en radeau de la microstructure interviennent simultanément.

L'examen de plages étendues d'une lame prélevée perpendiculairement à un plan 111 a permis de constater qu'il existe des dislocations dans les deux phases (fig. V-5). Dans γ' elles ont été identifiées comme étant des paires de dislocations de vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. De façon quelque peu surprenante vu que le facteur de Schmid est macroscopiquement nul pour l'orientation [001], les vecteurs $\frac{1}{2}[110]$ et $\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ sont fréquemment observés. C'est le cas en B sur la figure V-5. De plus, le passage de paires de dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ dans la phase γ' semble parfois être un processus plus complexe que du glissement pur dans des plans $\{111\}$. Une détermination de l'orientation des plans contenant les lignes de dislocations ainsi que leur vecteur de Burgers a en effet permis de constater que ceux-ci n'étaient pas toujours du type $\{111\}$, les déviations vers des plans $\{100\}$ étant les plus fréquentes. Il pourrait donc s'agir de glissement dévié vers les plans du cube comme on l'observe dans la phase γ' pure (100) et comme le suggèrent Shah et Duhl dans le PWA 1480 sollicité en traction (100).

4) STRUCTURE APRES 100h DE FLUAGE

A ce stade, le cisaillement des plaquettes γ' par des paires de dislocations de vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ est toujours observé. Comme le montre la figure V-6a correspondant à une lame prélevée perpendiculairement à la direction [001] de la sollicitation, les réseaux de dislocations sont devenus plus réguliers.

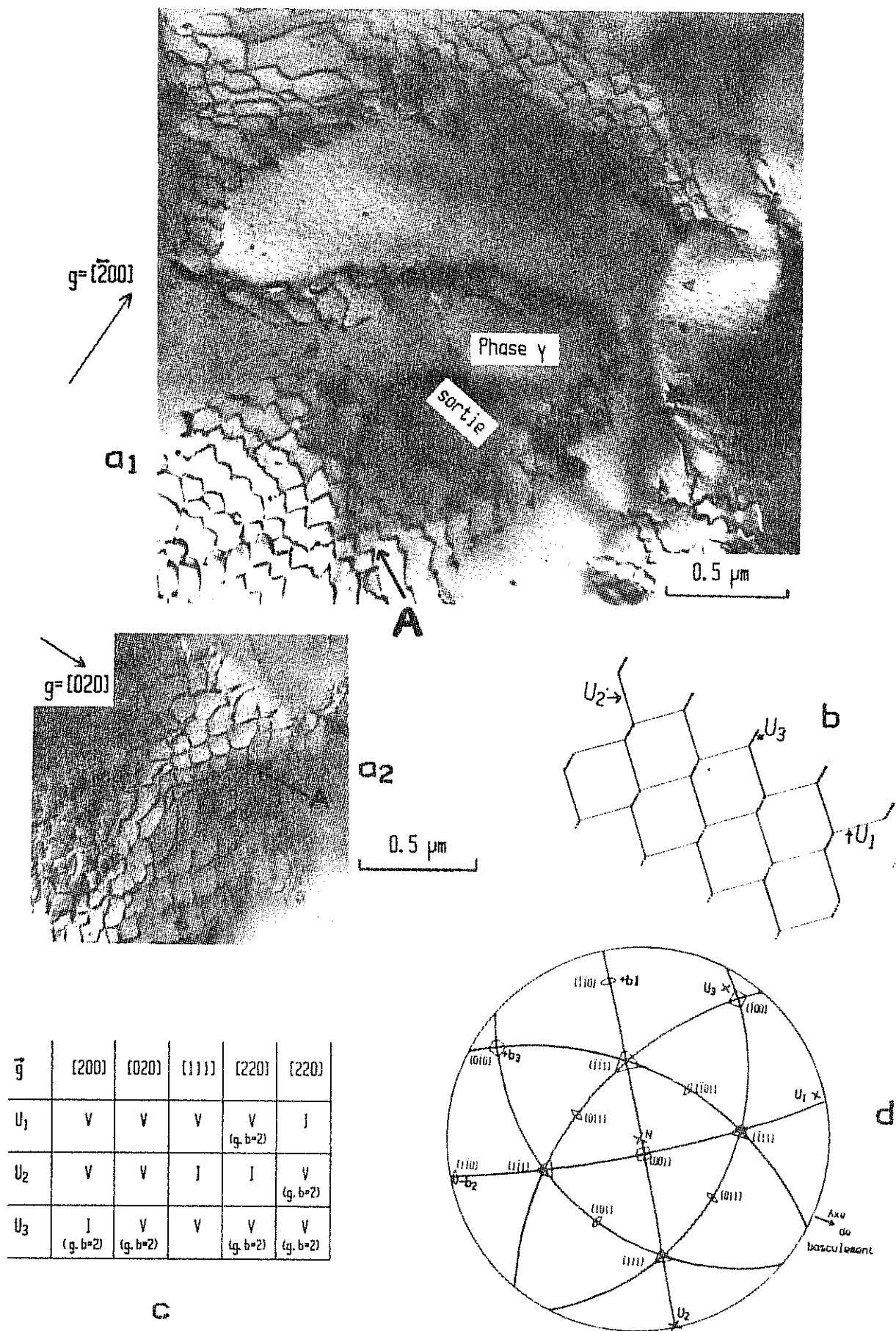


Figure V-6 : Alliage 221 après 100h de fluage à 1050 °C sous 140 MPa :

- Aspect des réseaux de dislocations d'interface. (lame $[001]$).
- Dessin du réseau de la zone A de (a).
- Conditions de diffraction ayant permis d'identifier les vecteurs de Burgers.
- Projection stéréographique de la lame.

Nous nous sommes intéressés plus particulièrement à la portion d'interface notée A sur la figure V-6a, dont l'orientation s'est révélée être très proche de $[001]$. Les dislocations γ forment localement un réseau hexagonal comprenant trois directions u_1, u_2, u_3 (fig. V-6b). Ces réseaux ont été imagés à l'aide de plusieurs vecteurs de diffraction, ce qui a permis de déterminer tout d'abord l'orientation des segments u_1, u_2, u_3 , puis le type de vecteurs de Burgers présents (fig. V-6c), les signes de ces vecteurs, qui sont indiqués sur la projection stéréographique de la lame (fig. V-6d), et enfin, à l'aide de l'inspection d'une paire de micrographies champ clair/champ sombre, que la phase γ' se trouvait dans cette zone du côté de la face de sortie des électrons.

Les segments de dislocation ont pour orientation

$$u_1 = [\bar{1}10], \quad u_2 = [441], \quad u_3 = [\bar{1}00]$$

et pour vecteurs de Burgers $b_1 = \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0], b_2 = \frac{1}{2}[\bar{1}10], b_3 = [0\bar{1}0]$.

Ces vecteurs appartiennent tous au plan (001) de l'interface. Les segments, qui ne sont donc pas sollicités par la contrainte, sont en position purement coin et les demi-plans supplémentaires associés sont perpendiculaires à l'interface et orientés vers la phase γ' qui possède dans cet alliage le plus petit paramètre cristallin à 1050°C. Ces réseaux de dislocation contribuent donc à relacher les contraintes de cohérence. Lorsque la lame est imagée par un faisceau d'électrons perpendiculaire au plan (001), une distance entre segments parallèles de type u_1 , ou u_2 de l'ordre de $d = 90$ nm peut être mesurée, ce qui, si on assimile le réseau à un réseau carré de segments u_1 et u_2 correspondrait au relachement d'un écart paramétrique $\delta = -\frac{|b_1|}{d} = -\frac{|b_2|}{d} \approx -2,9 \times 10^{-3}$ qui peut être comparé favorablement à l'écart paramétrique mesuré pour cet alliage $(-2,3 \pm 0,3 \times 10^{-3})$.

Dans le cas d'interfaces inclinées par rapport au plan (001), nous avons également observé que les réseaux de dislocations contribuaient à accommoder l'écart paramétrique, ie que le demi-plan supplémentaire des composantes coin se trouvait dans la phase γ' .

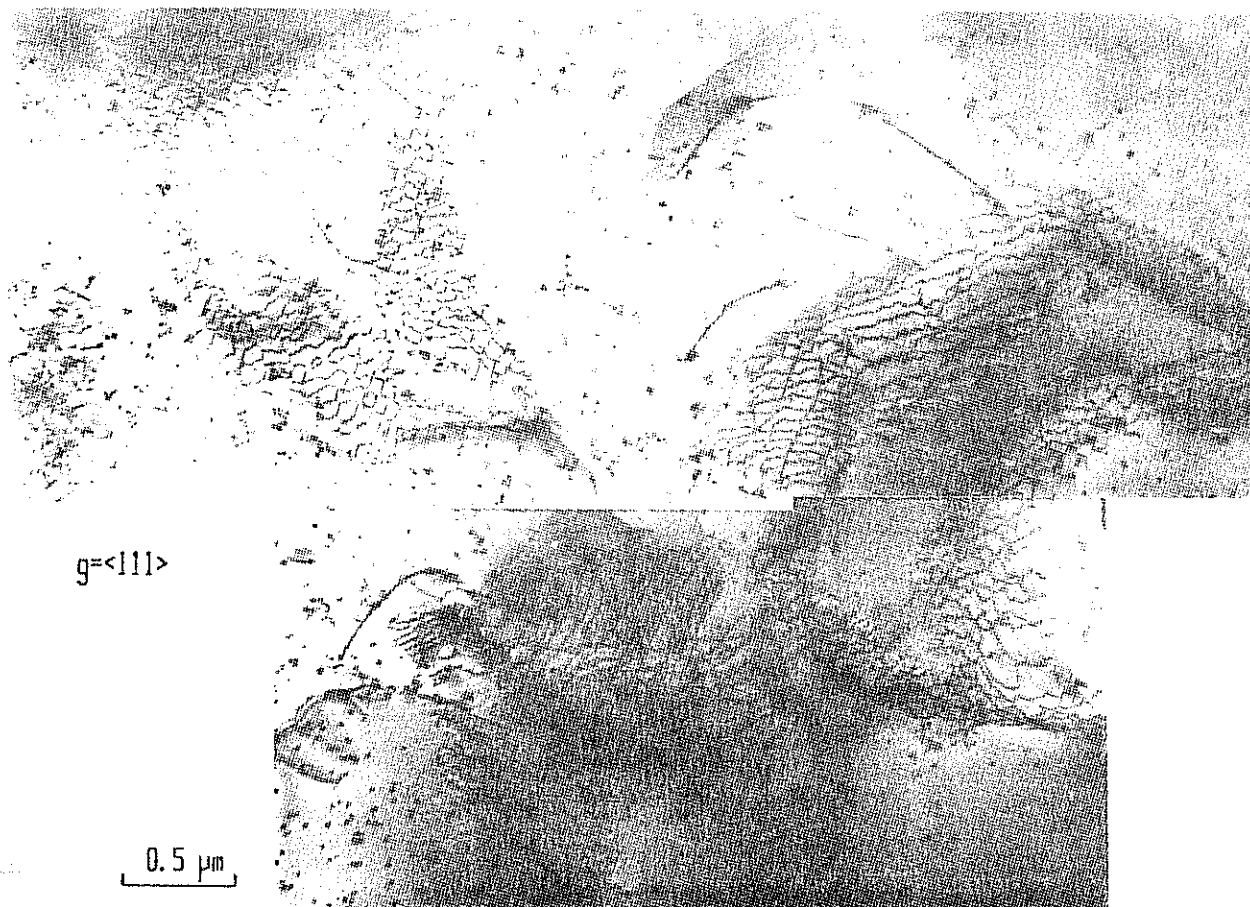


Figure V-7 : Structures de dislocations dans l'alliage CMSX-2 flué jusqu'à rupture à 1050 °C sous 120 MPa ($t_R=674h$). La lame est perpendiculaire à $[001]$.

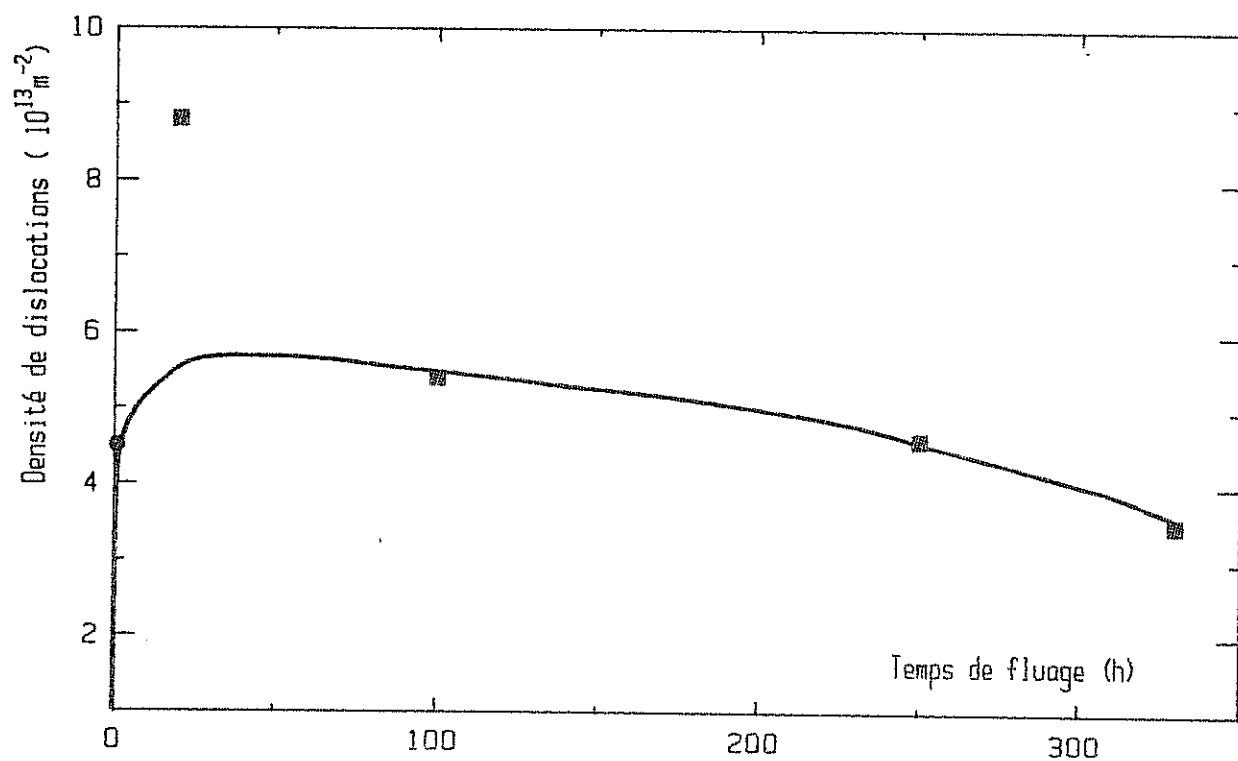


Figure V-8 : Evolution de la densité de dislocations dans l'alliage 221 en fonction du temps de fluage à 1050 °C sous 140 MPa.

(● : mesure directe)

(■ : calcul utilisant la mesure du périmètre spécifique d'interface $\gamma-\gamma'$)

5) STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS LE CMSX-2 APRES RUPTURE EN FLUAGE

Après rupture en fluage à 1050°C sous 120 MPa, une lame d'orientation (001) provenant d'une éprouvette [001] de CMSX-2 ayant subi le traitement TP1 (14) (1280°C, 4h t.h. + 1150°C, ½h t.h. + 870°C, 16h) et sollicitée en fluage à 1050°C sous 120 MPa jusqu'à rupture ($t_R = 674h$) a été observée (fig. V-7).

Les réseaux de dislocations d'interface ont des allures comparables à celles observées dans l'alliage 221 après 100h de fluage et les tailles des mailles des réseaux semblent compatibles avec l'écart paramétrique de -3×10^{-3} existant dans cet alliage à 1050°C. Une différence nette par rapport au stade précédent est que la densité de dislocations présentes dans la phase γ' est plus élevée.

6) ESTIMATION DE LA DENSITE DE DISLOCATIONS

Lorsque les interfaces sont couvertes de réseaux de dislocations, une estimation grossière de la densité de dislocations peut être obtenue en les assimilant à un réseau carré dont la maille d soit telle que $|\delta| = \frac{b}{d}$, c'est à dire qu'elle compense le mieux possible l'écart à la cohérence. Dans un tel réseau, la longueur de dislocations par unité de surface s'écrit alors $\frac{2}{d}$. Si l'on utilise comme estimateur de la surface d'interface $\gamma-\gamma'$ par unité de volume le périmètre spécifique d'interface $L_A(\gamma-\gamma')$ mesuré sur des coupes longitudinales (100) (voir chapitre IV, § IV-C-2), la densité de dislocations sera décrite par la relation

$$\rho = \frac{2 L_A (\gamma-\gamma')}{d} \quad (V-1)$$

La densité de dislocations présentes après 1 heure de fluage, où la structure en radeaux n'est pas encore bien formée, a été estimée à l'aide du comptage sur des micrographies correspondant à une lame d'orientation [001] (fig. V-2) du nombre N d'intersections d'une grille avec les dislocations présentes, suivant la méthode décrite par Blanc (102). La relation qui lie N et ρ est :

$$\rho = \alpha \frac{2N}{eL} \quad (V-2)$$

où L est la longueur totale des lignes, α un coefficient qui corrige l'erreur due à l'invisibilité de certaines dislocations pour le vecteur de diffraction utilisé, et e l'épaisseur de la lame.

Nous avons restreint les mesures à des zones où la lame contient dans son épaisseur une interface de type (001) et utilisé pour e une valeur de $0,3 \mu\text{m}$ qui correspond approximativement à la taille moyenne des précipités γ' . La valeur de ρ ainsi obtenue est de l'ordre de $4 \text{ à } 5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$.

La variation de la densité de dislocations telle que nous l'avons estimée en fonction du temps de fluage est indiquée à la figure V-8. Le tracé de la courbe $\rho = f(t)$ tient compte du fait que nous avons probablement surestimé $\rho(20\text{h})$, car à ce stade les mailles des réseaux de dislocations d'interface n'ont pas atteint partout la finesse qu'ils acquièrent plus tard (fig. V-4).

Les premiers stades du fluage conduisent donc à une très rapide multiplication des dislocations, leur densité étant multipliée par un facteur supérieur à 40 durant la première heure. Il est surprenant de voir que cette densité atteindrait un maximum après 20 à 50h de fluage pour décroître ultérieurement.

V-A-2. MODELISATION DE L'EVOLUTION DES STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS LES INTERFACES γ - γ' AU COURS DU FLUAGE A 1050°C

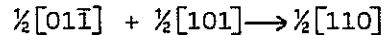
Les observations détaillées des arrangements de dislocations décrites au début de ce chapitre suggèrent une évolution des structures de dislocations qui pourrait être la suivante :

- après 1h de fluage, des dislocations dont les vecteurs de Burgers possèdent une composante selon l'axe $[001]$ de la contrainte non nulle (ce que nous noterons $[\dots 1]$, se propagent dans des plans $\{111\}$ dans la phase γ , et principalement dans les couloirs de cette phase perpendiculaires à la

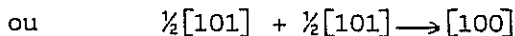
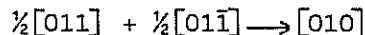
contrainte. Les interfaces (001) se tapissent donc de dislocations initialement orientées suivant des directions $\langle 110 \rangle$ qui sont les intersections entre des plans 111 et ce type d'interface. Des événements de glissement dévié répétés entre plans 111 donnent lieu à des configurations en zig-zag formées de segments $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$ (fig. V-9a). Par montée dans les interfaces, ces configurations acquièrent un caractère plus rectiligne, et plus purement coin : direction $[100]$ pour les vecteurs de Burgers $\pm \frac{1}{2}[011]$ et $\pm \frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$, et direction $[010]$ pour les vecteurs $\pm \frac{1}{2}[101]$ et $\pm \frac{1}{2}[10\bar{1}]$ (fig. V-9b).

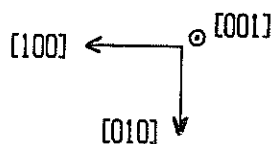
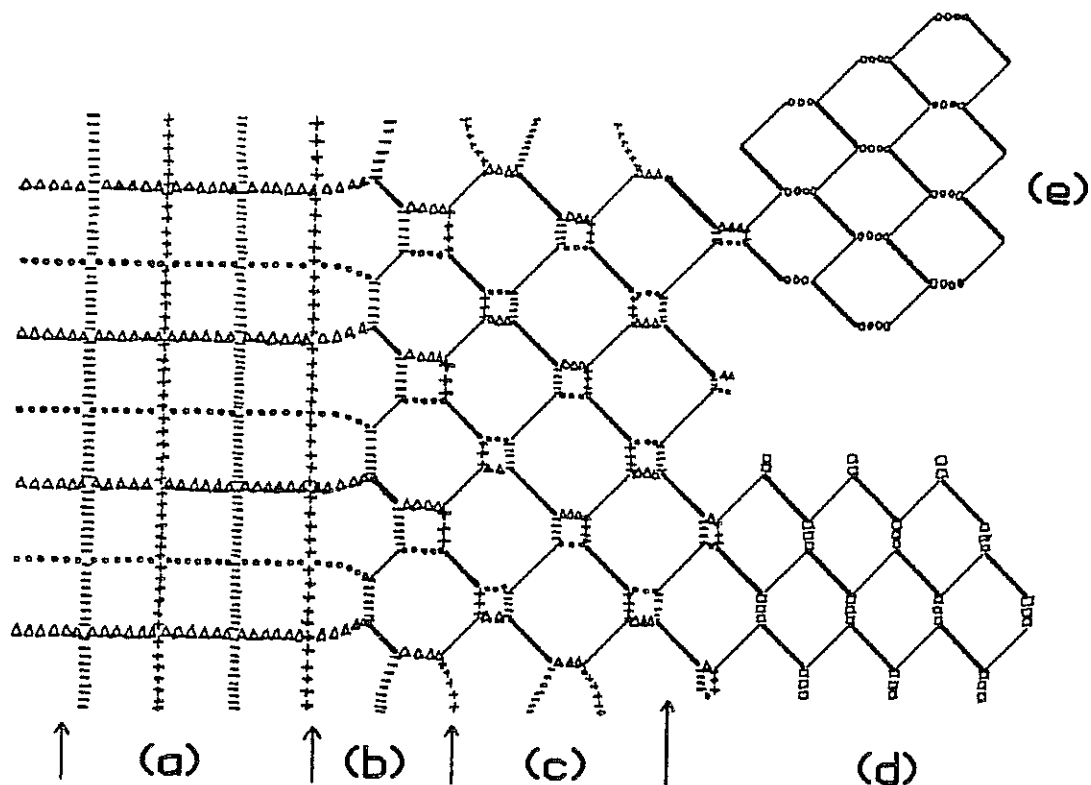
- Si l'on suppose que les interfaces (001) se tapissent de dislocations parallèles à $[100]$ équidistantes dont les vecteurs de Burgers sont alternativement $\pm \frac{1}{2}[011]$ et $\pm \frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$, ainsi qu'un deuxième réseau de lignes parallèles à $[010]$, de vecteurs $\pm \frac{1}{2}[101]$ et $\pm \frac{1}{2}[10\bar{1}]$, on aboutit au réseau carré illustré à la figure V-10-a. Ce réseau est constitué de segments coin des quatre vecteurs de Burgers possédant une composante selon $[001]$. Les demi-plans supplémentaires associés sont situés dans la phase γ' et font un angle de 45° avec l'axe $[001]$.

- Comme les réactions du type



sont attractives, l'on peut prévoir la formation de segments de vecteurs de Burgers $\pm \frac{1}{2}[110]$ et $\pm \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$, orientés respectivement selon les directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$ (fig. V-10b). Ces nouveaux segments ont également un caractère coin, mais leur demi-plan est perpendiculaire à l'interface. La croissance des segments de vecteurs de Burgers $\pm \frac{1}{2}[110]$ et $\pm \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ au détriment des autres peut ainsi donner au réseau l'aspect d'un assemblage de carrés et d'octogones (fig. V-10c). Le réseau est alors constitué des six vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. L'on peut également envisager la création de segments de vecteurs $\pm [100]$ ou $\pm [010]$ par des réactions du type





(la phase γ' est au dessus du plan de la feuille)

-----	$b = \frac{1}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$	$u = [010]$
+++++	$b = \frac{1}{2}[\bar{1}01]$	$u = [010]$
△△△△△△	$b = \frac{1}{2}[01\bar{1}]$	$u = [100]$
.....	$b = \frac{1}{2}[011]$	$u = [100]$
—	$b = \frac{1}{2}[\bar{1}10]$	$u = [110]$
—	$b = \frac{1}{2}[1\bar{1}0]$	$u = [1\bar{1}0]$
□□□□□	$b = [\bar{1}00]$	$u = [010]$
○ ○ ○ ○ ○	$b = [010]$	$u = [100]$

Figure V-9 : Modélisation de l'évolution des réseaux de dislocations d'interface pour former des réseaux statiques par recombinaison de dislocations du type $\langle .1 \rangle$.

pour former des réseaux comme ceux indiqués sur les figures V-10-d et e, qui sont des réseaux hexagonaux constitués à partir de segments purement coin dont les vecteurs de Burgers sont parallèles au plan (001) de l'interface (notés $[..0]$). C'est précisément ce type de réseau que nous observons après 100h de fluage dans les interfaces (001).

Nous pouvons ainsi illustrer comment la recombinaison dans les interfaces $\gamma-\gamma'$ (001) de dislocations de vecteurs de Burgers $[..1]$ qui, sollicités par la contrainte, se propagent dans la phase γ , peut donner naissance à des réseaux formés de vecteurs $[..0]$ qui permettent une meilleure compensation de l'écart paramétrique, et sur lesquels la contrainte appliquée ne provoque aucune force, ce pourquoi nous les qualifierons de réseaux statiques.

Il est bien évident (voir par exemple figure V-4) que le cisaillement de la phase γ ne donnera pas naissance à un réseau aussi régulier que celui présenté à la figure V-10a. Dans la réalité, la création de réseaux statiques nécessitera des réactions de recombinaison sur de plus grandes distances, et d'une plus grande complexité.

V-A.3. COMPARAISON AVEC D'AUTRES OBSERVATIONS

1) MODES DE CISAILLEMENT DE LA PHASE γ'

Deux modes de cisaillement de précipités γ' ont été observés dans des alliages base nickel déformés en fluage. Le premier, que nous noterons "DE", fait intervenir le glissement de dislocations de type $\frac{1}{3}\langle 112 \rangle$ bordées par des défauts d'empilement de surstructure intrinsèques ou extrinsèques, et a été mis en évidence par Kear et coll. (103) et par Guimier et Strudel (104). Le second, que nous noterons "DO", est le cisaillement de la phase γ' par des paires de dislocations de vecteur de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ reliées par un domaine de paroi d'antiphase.

A 760°C, le mode DE a été observé au cours du fluage primaire de monocristaux [001] des alliages Mar M 200 (103) et CMSX-2 (39,105), alors que pour ce dernier alliage le mode DO est observé durant le stade secondaire (39).

Pour une température de 857°C, Leverant et coll. (16) ont constaté que dans le Mar M 200, les deux modes coexistaient mais que le mode DO prédominait. Aux températures plus élevées, il semble que le mode DO soit le seul à avoir été rapporté dans le cas des alliages base nickel fortement alliés (39, 48, 75, 89), ce qui est en accord avec les observations que nous avons effectuées sur l'alliage 221 à 1050°C.

Leverant et coll. (106) ont avancé, en se basant sur les travaux de Gallagher (107), que le cisaillement de précipités γ' selon le processus DE requiert la formation dans la phase γ de dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$ et que celle-ci est favorisée par une faible énergie de défaut d'empilement de la phase γ . Ces auteurs ont par la suite (16) émis l'hypothèse que le changement de mode de cisaillement de γ' observé lorsque la température est augmentée serait lié à une réduction locale de l'énergie de paroi de domaine d'antiphase, assistée par la diffusion.

Une explication plus convaincante est cependant fournie par les travaux de Décamps et coll. (108, 109) sur des alliages du type CMSX-2. Lors d'études de la structure fine des dislocations de la phase γ à l'aide de la technique du faisceau faible, Décamps et coll. ont en effet observé qu'à des températures de 760°C et au-delà, ces dislocations présentaient des constriction entre les partielles de Shokley les constituant, notamment lorsqu'elles se trouvent dans les interfaces $\gamma-\gamma'$. Ces auteurs avancent que ces constriction pourraient être le résultat de l'interaction défauts ponctuels - dislocations dissociées avec la formation de crans. Estimant que le mécanisme de cisaillement DE de Kear et coll. (103) nécessite des portions de dislocations exemptes de constriction, Décamps et coll. (108, 109) ne prévoient ce mode de cisaillement qu'à des températures relativement basses, l'élévation de température se traduisant par une augmentation de la concentration de défauts ponctuels, et par conséquent de celle de la fréquence de constriction sur les dislocations de γ . Parallèlement, une augmentation de l'énergie de défaut d'empilement de γ , provoquant un rapprochement des partielles de Shokley d'une dislocation $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, devrait se traduire par un plus grand nombre de constriction. Les résultats expérimentaux suivants sont en accord avec les raisonnement de ces auteurs :

- l'élévation de température ($> 760^{\circ}\text{C}$) est accompagnée comme nous l'avons vu par un passage d'un mode de cisaillement de type DE à un mode DO dans les alliages base nickel.

- à 760°C l'addition de cobalt, connu pour abaisser l'énergie de défaut d'empilement du nickel, se traduit dans des alliages du type CMSX-2 par une déformation de fluage primaire hétérogène avec le cisaillement sur de longues étendues de précipités γ' selon le mode DE (42).

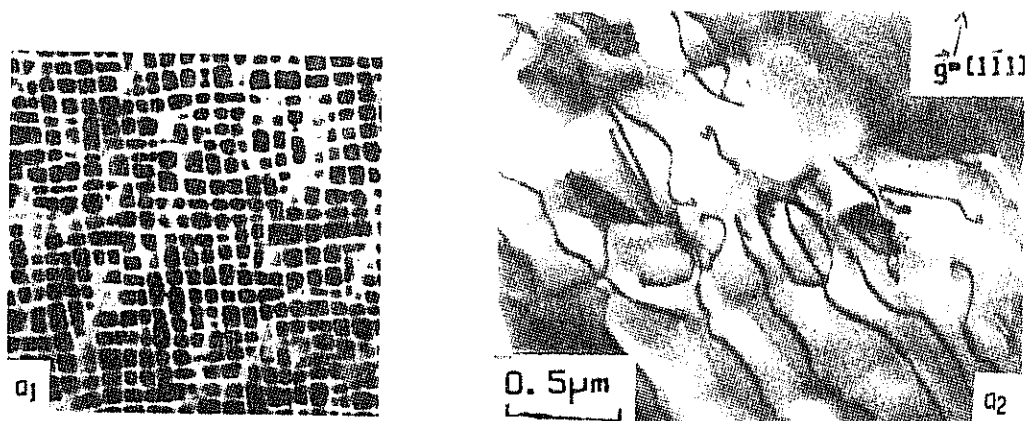
- Au cours du fluage à 760°C , Leverant et coll. (106) n'ont pas observé de cisaillement de précipités du type DE dans des alliages binaires Ni-Al. Dans ce système ne comprenant pas d'éléments tels Co, Mo ou Cr qui sont connus pour abaisser l'énergie de défaut d'empilement de la phase γ , cette énergie est donc très vraisemblablement plus élevée que dans les alliages base nickel polyconstitués.

2) RELATION ENTRE CHANGEMENTS MORPHOLOGIQUES DE LA MICROSTRUCTURE ET LES STRUCTURES DE DISLOCATIONS

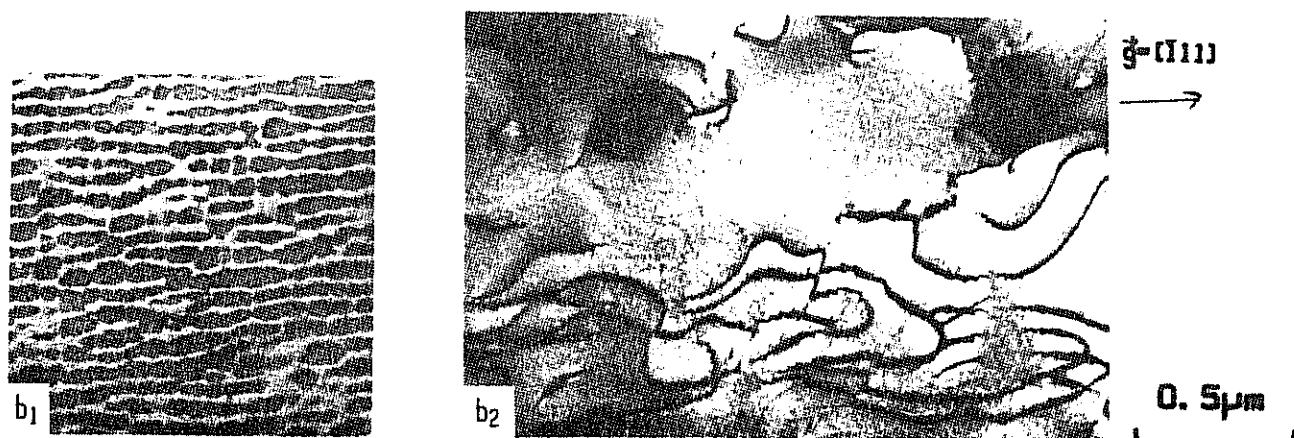
Ayrault et Strudel (75) ont étudié les morphologies de coalescence et les structures de dislocations se développant dans l'alliage CMSX-2 au cours du fluage à 950°C sous 240 MPa (fig. V-10).

Les cinétiques de mise en radeau de la microstructure et de multiplication des dislocations sont considérablement plus lentes à 950°C sous 240 MPa qu'à 1050°C sous 140 MPa. L'on remarque en outre que cette mise en radeau paraît précéder la formation de réseaux de dislocations (voir sur la figure V-8 les microstructures correspondant à 68h de fluage) contrairement à ce que nous observons à 1050°C sous 140 MPa où les deux phénomènes semblent apparaître simultanément.

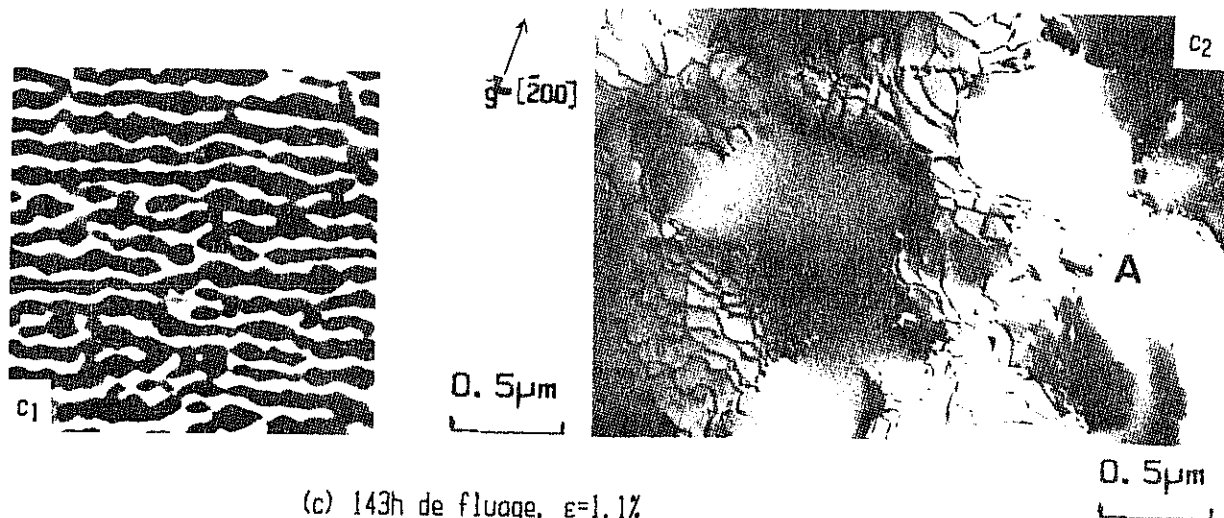
Il n'existe donc pas, dans le domaine de températures où la coalescence orientée est manifeste, de relation biunivoque entre le degré de coalescence orientée et les structures de dislocations.



(a) 15h de fluage, $\epsilon=0.14\%$



(b) 68h de fluage, $\epsilon=0.30\%$



(c) 143h de fluage, $\epsilon=1.1\%$

Figure V-10 : Evolution des morphologies de coalescence et des structures de dislocations au cours du fluage du CMSX-2 à 950 °C sous 240 MPa, d'après (75).

a_1 , b_1 , c_1 : Observation MEB de coupes longitudinales.

a_2 , b_2 , c_2 : Observation MET de lames perpendiculaires à l'axe [001] de la contrainte.

Ce fait est à rapprocher d'observations relatives à l'effet de maintiens isothermes sous charge sur la cohérence des interfaces γ' - γ' . les traitements 1050°C, 200h et 950°C, 2000h qui établissent tous deux des populations de précipités γ' d'une taille de 1 à 2 μm n'aboutissent pas dans le cas d'alliages comme le 221 ou le CMSX-2 au même degré de cohérence des interfaces. Après le maintien à 950°C la densité de dislocations est très faible alors qu'après celui à 1050°C les interfaces sont le plus souvent semi-cohérentes.

	Ecart paramétrique à 1050°C $\times 10^3$	Fraction volumique de phase γ' à 1050°C (%)	Temps à rupture en fluage à 1050°C sous 140 MPa
020	$-1 < \delta < 0$	60^x	$\approx 40h^o$ (136h sous 120 MPa)
211	≈ -1	63^+	131h
221	-2,3	68^+	330h
AM1	-3,5	65^x	359h
210-Nb	-3,5	65^x	332h
U-700	-4,4	25^+	très faible ($\approx 40h$ sous 80 MPa)(34)
Mar M 200	-3,3	49^+	63h (43)
NASAIR 100	-5,5	54^+	190h (22)
CMSX-2	-3	$62,5^+$	250h (45)
CMSX-2'	≈ 0 ou $0 < \delta$	55^x	$\approx 45h^o$ (153h sous 120 MPa)
01	+3,7	20^x	Très faible (38h sous 70 MPa (49))
01+A1	+2,3	38^x	Très faible (186h sous 80 MPa)

+ mesure

x estimation (voir annexe IV)

° extrapolé à partir de données obtenues
sous plus faible contrainte.

TABLEAU V-1 : Relation entre propriétés physiques des alliages de l'étude à 1050°C (fraction de phase γ' et écart paramétrique et résistance au fluage à cette température.

V-B. INTERPRETATION DES DEGRES DE RESISTANCE AU FLUAGE A 1050°C

V-B-1. RELATION EXPERIMENTALE ENTRE LE COMPORTEMENT EN FLUAGE A 1050°C ET LES PROPRIETES PHYSIQUES

Nous avons indiqué au tableau V-1, pour chacun des alliages de l'étude, l'écart paramétrique et la fraction volumique de phase γ' présente à 1050°C, ainsi que la résistance au fluage à cette température.

On remarque que celle-ci est la plus élevée dans les alliages 221, AM1, 210-Nb et CMSX-2 où l'écart paramétrique est de l'ordre de -2 à -6×10^{-3} . Ceci ne représente cependant pas une condition suffisante pour assurer la plus haute résistance au fluage, vu que les alliages U-700, Mar M 200 et NASAIR 100 possèdent des valeurs de δ comprises dans cette gamme.

La prise en compte simultanée des paramètres $f_v^{\gamma'}$ et δ permet d'établir une corrélation nette :

Les propriétés les plus élevées correspondent aux alliages possédant un écart paramétrique négatif et d'une amplitude suffisante (-2 à -6×10^{-3}) et de plus une fraction volumique de phase γ' très élevée ($> 60\%$).

Des durées de vie légèrement plus faibles sont obtenues avec les alliages 211 et NASAIR 100. Dans ce dernier, δ est dans la fourchette requise mais la fraction de phase γ' est trop faible. L'alliage 211 satisfait bien la condition sur $f_v^{\gamma'}$ mais possède une amplitude d'écart paramétrique insuffisante (tableau V-1).

Les propriétés en fluage de ces alliages sont cependant meilleures que celles des alliages 020, Mar M 200 et CMSX-2' qui ne satisfont aucune des deux conditions (020 et CMSX-2') ou dont la fraction de phase γ' devient trop nettement inférieure à 60% (Mar M 200). Les alliages U-700, 01 et 01+Al, dont la teneur en phase γ' est inférieure à 40%, ont une très faible résistance à 1050°C.

Différents couples d'alliages permettent d'illustrer les effets respectifs des deux paramètres :

- dans le couple Mar M 200/CMSX-2 où $\delta \approx -3 \times 10^{-3}$, le passage d'une valeur de $f_v^{\gamma'}$ de 49% à une de 62,5% conduit à une multiplication de la durée de vie à 1050°C sous 140 MPa d'un facteur 4.

- pour une même fraction de précipités cette augmentation est d'un facteur 2 entre le 211 où $\delta \approx -1 \times 10^{-3}$ et le CMSX-2.

- le 221 dont la résistance est comparable à celles de l'AM1 et du 210-Nb compense une amplitude d'écart paramétrique plus faible ($-2,3 \times 10^{-3}$ contre $-3,5 \times 10^{-3}$) par une valeur de $f_v^{\gamma'}$ plus élevée.

V-B-2. EFFET DE LA COALESCENCE SUR LA VITESSE DE FLUAGE - REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Les premières mises en évidence de phénomènes de coalescence sous contrainte dans des monocristaux d'alliages base nickel, au début des années 1970, ont rapidement suscité des préoccupations sur l'influence de ces phénomènes sur la vitesse de fluage.

Sur l'alliage U-700, Sullivan et coll. (78) puis Tien et Copley (20) ont émis l'hypothèse que la coalescence orientée contribuait à accélérer les vitesses de fluage. Ces derniers auteurs ont en effet estimé que l'accroissement de la taille de précipités facilite leur contournement par un mécanisme d'Orowan.

Tien et Copley (20) ont ainsi émis l'hypothèse que la résistance au fluage à haute température serait optimale dans des matériaux où l'écart paramétrique δ serait nul. Cette hypothèse paraissait confortée par les travaux de Mirkin et Kaucheev (71) qui ont étudié les propriétés en fluage à 700°C d'alliages contenant environ 15% de phase γ' , et par ceux de Maniar et Bridge (73) qui ont caractérisé des matériaux possédant des teneurs en γ' comparables ($\approx 10\%$) pour des températures de fluage de 650 et 760°C.

Dans de nombreuses études sur le comportement en fluage d'alliages base nickel, l'importante fraction de la durée de vie occupée par le stade tertiaire a été attribuée à la coalescence des précipités de la phase γ' . Citons à cet égard les travaux de Carry et coll. relatifs à l'alliage 01 flué à 850°C (26, 28, 110) et sur le Mar M 200 flué à 980°C (17), ceux de Dennison et coll. (111) sur l'IN 100 à 950°C, de Burt et coll. sur le NIMONIC 105 à 850 et 900°C (112) et sur le Mar M 002 à 950°C (113) ainsi que ceux de Stevens et Flewitt (114, 115) sur l'IN-738 à 850°C.

Dans plusieurs de ces études (28, 110-112, 115) l'apparition du stade de fluage tertiaire a été interprétée comme résultant d'une diminution de la contrainte interne ou contrainte de friction (σ_0), diminution associée à l'augmentation de la distance inter-précipités. Des mesures expérimentales de σ_0 (111, 112) semblaient confirmer cette interprétation. De plus, l'introduction par Stevens et Flewitt (115) des variations de taille de précipités constatées, dans un modèle de fluage faisant intervenir la montée et/ou le contournement, permettait de prévoir correctement l'amplitude de variation de σ_0 ainsi que son gradient nécessaires pour interpréter les formes des courbes de fluage par l'équation

$$\varepsilon = \alpha (\sigma - \sigma_0)^n \quad (V-3)$$

où n est un exposant de contrainte dont la valeur est proche de 4.

L'interprétation du fluage tertiaire en termes de décroissance de σ_0 a cependant été mise en doute par McLean et coll. (116, 117). Ces auteurs ont utilisé la méthode de détermination numérique mise au point par McLean (118) plutôt que l'inspection visuelle de courbes tracées à la suite de réductions successives de contrainte. Dans le cas du fluage à 850°C de l'alliage IN 738LC à structure colonnaire, Henderson et McLean (117) ont montré que la diminution de σ_0 nécessaire pour expliquer les augmentations de vitesse de fluage durant le stade tertiaire était nettement supérieure à celle mesurée expérimentalement, si contrainte et vitesse de déformation sont liées par l'équation V-3. Ces auteurs ont plutôt lié les accroissements de la vitesse de fluage à l'augmentation de la cinétique de restauration de la microstructure.

Dyson et McLean (116) ont par ailleurs avancé, sur la base de modèles simples liant la vitesse de fluage à la taille des précipités γ' , qu'il n'existait pas de corrélation quantitative entre fluage tertiaire et coalescence. McLean et coll. (116, 117) estiment que les accroissements de vitesse de fluage dépendent plutôt de la déformation plastique déjà subie et de la densité de dislocations.

Nous avons dans ce paragraphe jusqu'à présent traité le cas d'alliages contenant des teneurs en phase γ' intermédiaires ($f_v^{\gamma'} < 50$ à 60%) sollicités en fluage à des températures toujours inférieures à 1000°C. Dans ce cas de figure, il n'existe donc pas à l'heure actuelle, de consensus sur l'effet de phénomènes de coalescence sur les vitesses de fluage observées. Il en va donc de même pour ce qui est du rôle de l'écart paramétrique qui, associé à une contrainte appliquée, est une force motrice de coalescence orientée.

Dans le domaine des températures plus élevées et pour des alliages possédant des teneurs en phase γ' élevées aux températures de fluage considérées ($> 60\%$), nous noterons les travaux de Pearson et al. (40, 81) poursuivis par la suite par MacKay et coll. (82-85). Pearson et al., étudiant l'alliage MMT 143 fortement chargé en Mo pour une température de fluage de 1038°C, ont constaté que dans cet alliage où l'écart paramétrique est de l'ordre de -8×10^{-3} à cette température, la cinétique de coalescence selon un schéma de type N était très rapide. L'excellente tenue en fluage de cet alliage a été attribuée au fort taux d'élancement de la structure en radeaux se développant, dans la mesure où la déformation produite par montée des dislocations dans les interfaces $\gamma-\gamma'$ est réduite par ce type de géométrie.

Le développement d'une structure en radeaux la plus parfaite possible, favorisée par une valeur négative et une amplitude suffisante de δ , serait donc un important facteur de renforcement, et c'est précisément ce que nous observons expérimentalement pour le fluage à 1050°C sous 140 MPa. Il reste cependant qu'aucune analyse détaillée de la relation entre vitesse de déformation aux différents stades de fluage, et la microstructure, ie la morphologie des phases γ et γ' et les structures de dislocations n'a semble-t-il jusqu'à présent été publiée. Nous tenterons d'apporter quelques éléments de réponse dans les paragraphes suivants.

V-B-3. LES MECANISMES DE DEFORMATION CONTROLANT LA VITESSE DE FLUAGE

Dans ce paragraphe, les figures illustrant le positionnement et les mouvements de dislocations correspondent à un glissement de type $\langle 110 \rangle \{110\}$, bien que comme nous l'avons vu au § V-A, ce glissement s'effectue en réalité dans des plans $\{111\}$. Nous avons fait ce choix pour permettre une plus grande clarté des dessins. Les raisonnements en relation avec ces figures nous paraissent néanmoins devoir ne pas en être altérés. Notons en effet que le glissement $\langle 110 \rangle \{110\}$ peut être schématisé comme la limite du glissement dévié répété entre plans $\{111\}$ lorsque la fréquence des événements de glissement dévié tend vers l'infini.

1) VITESSE DE FLUAGE DURANT LES PREMIERS STADES

a) Interactions entre dislocations et interfaces γ - γ'

Un modèle tridimensionnel du champ du champ élastique interne dans un matériau possédant des précipités cubiques alignés selon les directions $\langle 100 \rangle$ a été développé par Ati (119). Malheureusement les données physiques, ie fraction volumique et taille des précipités, écart paramétrique et constantes élastiques utilisées par cet auteur diffèrent nettement de celles qui nous intéressent.

Une autre évaluation du champ de contraintes de cohérence existant dans les couloirs de phase γ entourant des précipités cuboïdaux cohérents peut être obtenue en introduisant artificiellement des dislocations d'interface de caractère opposé à celles contribuant à relâcher l'écart paramétrique, dans un milieu initialement sans contrainte. Dans le cas d'un alliage à écart paramétrique négatif, la configuration indiquée à la figure V-11 peut paraître appropriée si l'on lie h et δ par la relation

$$|\delta| = \frac{b \cos \pi/4}{h} \quad (V-4)$$

où $b = a/\sqrt{2}$ et où le terme $\cos \pi/4$ intervient parce que le demi-plan supplémentaire des dislocations coin fait un angle de 45° avec l'interface

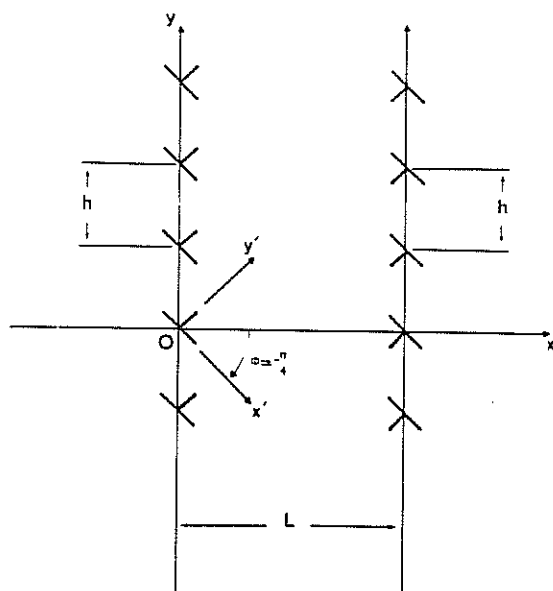


Figure V-11 : Géométrie pour laquelle Carry et coll. (110) ont calculé le champ de contrainte.

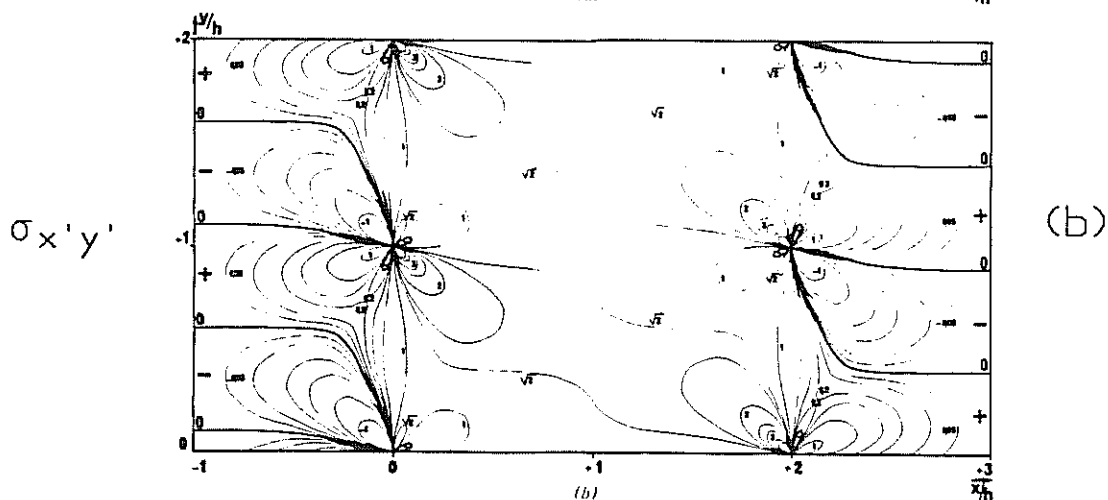
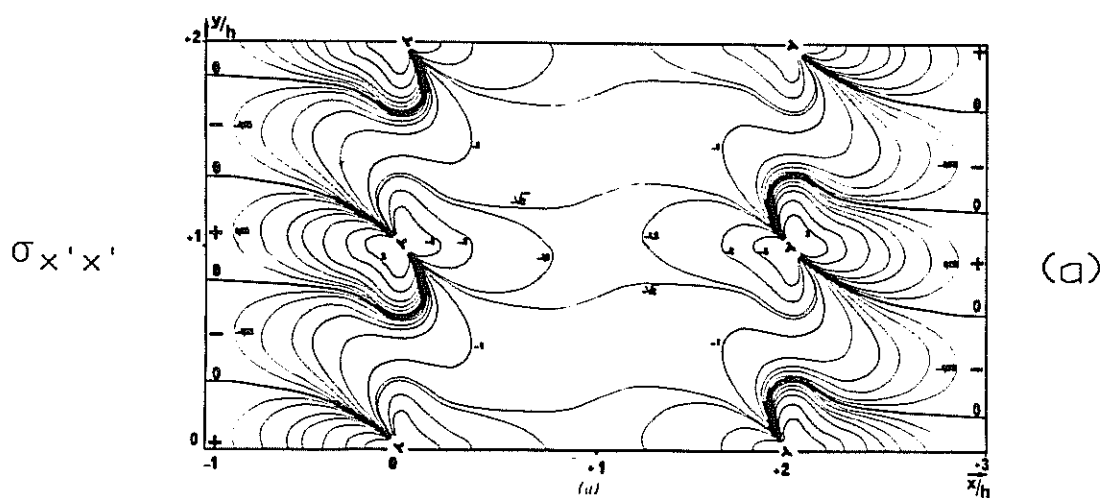


Figure V-12 : Composantes du champ de contrainte associé à la géométrie de la figure V-11, exprimées dans le repère $x'Oy'$ et en unités de $\mu b/2\pi h(1-\nu)$.

a) Composante $\sigma_{x'x'}$. b) Composante $\sigma_{x'y'}$.

$\gamma-\gamma'$. Le champ de contraintes associé à la configuration de la figure V-11 a précisément été calculé par Carry et coll. (110), dans le cas particulier où $L = 2h$. Pour une application à l'alliage 221 où $\delta = -2,3 \times 10^{-3}$ à 1050°C , on aboutit à une valeur de L de 160 nm qui correspond bien à l'ordre de grandeur de la largeur des couloirs de phase γ dans l'état de traitement thermique initial (≈ 40 nm).

La figure V-12 indique les composantes $\sigma_{x'x'}$ et $\sigma_{x'y'}$ du tenseur des contraintes. Ces composantes génèrent respectivement une force de montée et une force de glissement sur une dislocation de vecteur de Burgers parallèle à $O_{x'}$.

Au milieu des couloirs de phase γ , ces deux composantes ont des amplitudes de l'ordre de $\sqrt{2} \mu b / (2\pi h(1-\nu))$, ce qui correspond, pour une dislocation de vecteur de Burgers b parallèle à $O_{x'}$, à une force parallèle à $O_{x'}$ tendant à l'appliquer contre l'interface où elle relâcherait les contraintes de cohérence $F_C = \mu b^2 / (\pi h(1-\nu))$. Une contrainte de tension σ_a selon O_y conduirait à une force F_a de sens opposé à F_C et d'amplitude $\sigma_a b / 2$ (fig. V-13a). L'importance relative des deux contributions est illustrée par le rapport

$$F_C / F_a = \sqrt{2} \frac{\mu b}{\pi h(1-\nu)\sigma_a} \quad (\text{V-5})$$

soit, en combinant (V-4) et (V-5) :

$$F_C / F_a = \sqrt{2} \frac{\mu \delta}{\pi \sigma_a (1-\nu) \cos \pi/4} \quad (\text{V-6})$$

Nous estimerons le module de cisaillement μ à l'aide de la relation

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (\text{V-7})$$

où E est le module d'Young d'un alliage base nickel polycristallin à 1050°C , soit environ 140 GPa (120) et où $\nu = 0,33$.

A l'aide des équations (V-6) et (V-7), et pour une contrainte appliquée de 140 MPa, il vient :

$$F_c / F_a \approx 520 \delta \quad (V-8)$$

soit pour l'alliage 221 ($\delta = 2,3 \times 10^{-3}$), $F_c \approx 0,8 F_a$.

Si l'on considère maintenant une dislocation comme celle de la figure V-13b, dont la partie vis avance dans un couloir de phase γ en laissant dans les interfaces $\{100\}$ opposées deux segments coin opposés, la force F_v exercée par le champ de contrainte sur la partie vis s'écrit

$$F_v = \sigma_{x'y'} b = \frac{\sqrt{2} \mu b^2}{2 \pi h(1-\nu)} \quad (V-9)$$

Cette force contribuera à faire avancer la dislocation si le demi-plan associé aux segments coin est situé dans la phase γ' . Elle doit être comparée à la force associée à la cisssion due à une contrainte appliquée selon O_x : $F_a = \pm \sigma_a / 2 [010]$

$$\text{soit} \quad \frac{F_v}{F_a} = \frac{2 \mu b}{\pi h(1-\nu) \sigma_a} \quad (V-10)$$

rapport qui est identique à celui calculé plus haut.

Ainsi, à la température considérée, ce modèle prévoit que l'amplitude de l'interaction entre interfaces $\gamma-\gamma'$ et dislocations de la matrice serait du même ordre que celle de la contrainte appliquée.

b) Implications

Rappelons qu'après une heure de fluage à 1050°C sous 140 MPa, les murs de phase γ parallèles à la contrainte sont encore fréquents, même si le processus de coalescence orientée est bien engagé. A ce stade, où la phase γ' n'est pas cisailée, trois modes de cisaillement pourraient être envisagés :

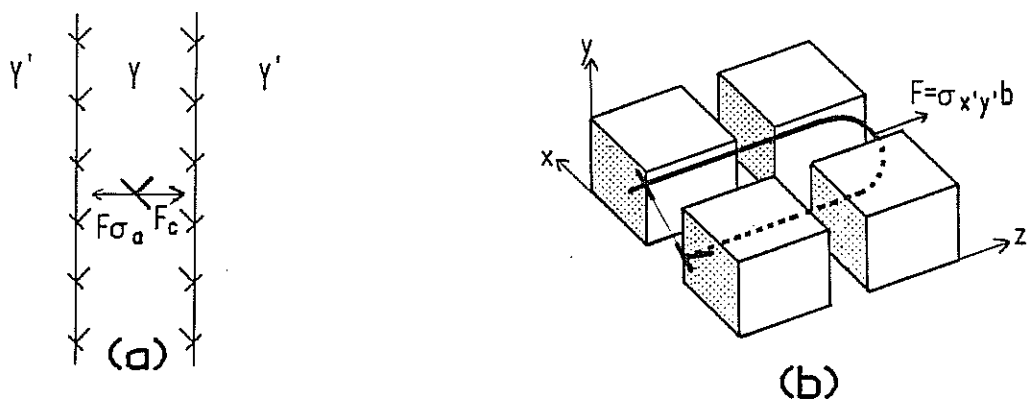


Figure V-13 : Forces exercées par le champ de contrainte de cohérence

- a) - sur une dislocation coin au milieu d'un couloir de phase γ
- b) - sur la partie vis d'une dislocation avançant dans un couloir de phase γ .
(Le sens de la force est le même que celui résultant d'une contrainte de tension selon Oy).

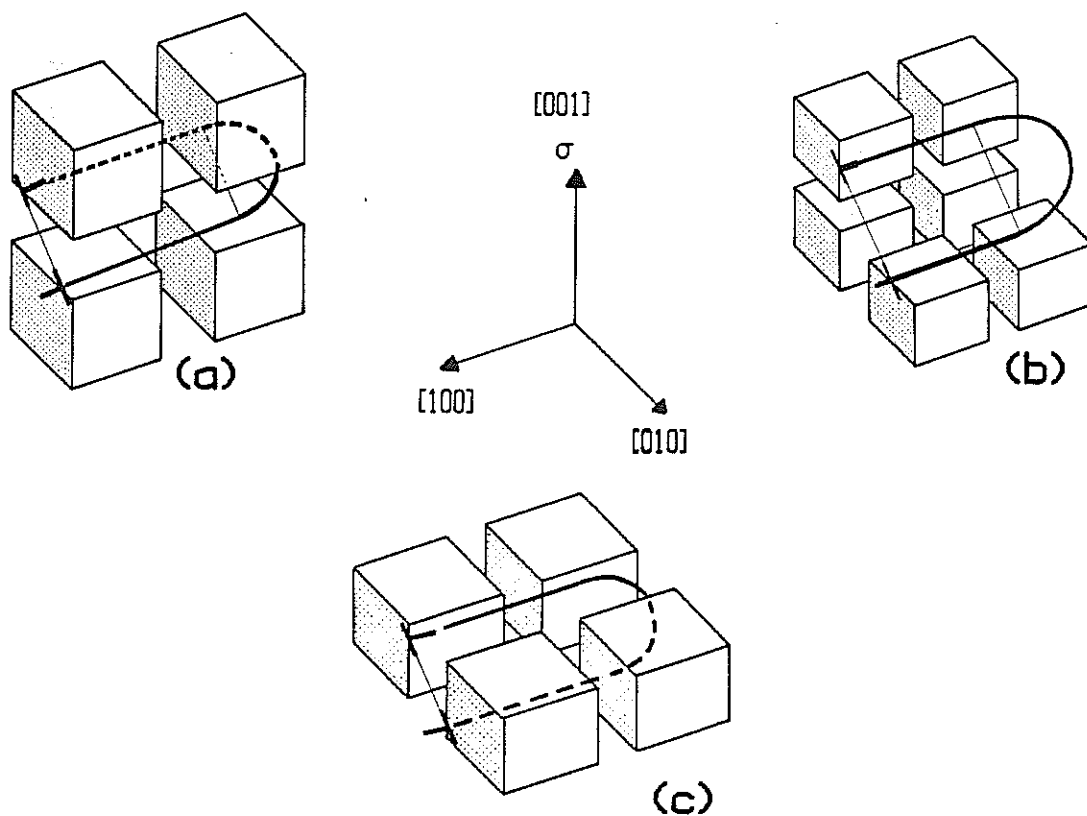


Figure V-14 : Illustration de différentes configurations de cisaillement des couloirs de phase γ .

i) le cisaillement de couloirs de phase γ perpendiculaires à la contrainte (fig. V-14a) laissant dans les interfaces (001) des dislocations coin réduisant les contraintes de cohérence.

ii) le cisaillement de couloirs γ verticaux (fig. v.14b) laissant dans les interfaces (100) ou (010) des dislocations coin aggravant l'écart paramétrique.

iii) le cisaillement de γ à l'intersection entre un couloir horizontal et un couloir vertical. Les segments de dislocations ainsi amenés dans les interfaces réduisent δ sur les faces (001) et l'aggravent sur les faces (100) ou (010) (fig. V-14c).

Pour un matériau sans contraintes de cohérence, les configurations i) et ii), correspondant à une contrainte d'Orowan $\tau = \mu b/d\sqrt{2}$ où d est la largeur des couloirs de phase γ , sont équivalentes, mais c'est la configuration iii) correspondant à une contrainte d'Orowan deux fois plus faible ($\tau = \mu b/(2d\sqrt{2})$) qui est la plus favorable.

A titre d'exemple, pour $d = 40$ nm, soit la valeur moyenne des couloirs γ , ces contraintes valent respectivement 340 et 170 MPa, à comparer avec une cisssion d'environ 70 MPa correspondant à la contrainte appliquée. Par glissement pur, seuls les couloirs de phase γ les plus larges (100 à 200 nm) sont donc susceptibles d'être cisailés.

Toujours dans le cas d'un écart paramétrique nul, les mouvements possibles des dislocations par montée dans les interfaces γ - γ' sont schématisés à la figure V-15. Après avoir atteint par montée l'arête d'un précipité γ' , les dislocations peuvent donc à nouveau glisser dans la phase γ , jusqu'à ce qu'un nouveau précipité soit rencontré.

La déformation se produit donc par glissement dans la phase γ (éventuellement assisté par la montée), et par montée dans les interfaces, laissant prévoir que les dislocations peuvent balayer de grandes surfaces.

Dans le cas d'un alliage comme le 221, où les contraintes de cohérence dans la matrice sont du même ordre de grandeur que la contrainte appliquée, les configurations indiquées aux figures V-14b et c ne sont pas stables lorsque le matériau est sollicité en tension car elles impliquent le positionnement dans des interfaces verticales de dislocations qui aggravent les contraintes de cohérence.

Le cisaillement de la phase γ se produira donc exclusivement dans les couloirs horizontaux. L'avancée de ces dislocations sera assistée simultanément par la contrainte appliquée et par les contraintes de cohérence, qui semblent être du même ordre de grandeur. La cisssion perçue par les dislocations serait donc environ deux fois plus importante que celle due à la contrainte appliquée seule (140 MPa), ce qui permettrait d'atteindre la contrainte d'Orowan dans des couloirs de phase γ d'une épaisseur d'environ 100 nm. Vu que ceux-ci ont en moyenne une épaisseur de 40 nm et que les dislocations sont distribuées de façon relativement homogène dans les interfaces (001), il est donc vraisemblable que ce processus de cisaillement soit assisté localement par la montée.

Si les contraintes de cohérence apportent des restrictions sur les modes de cisaillement de la phase γ , il en va de même pour la montée généralisée dans les interfaces γ - γ' . En effet, les configurations notées A à la figure V-15 seront instables alors que celles notées C sont stables. Nous sommes donc conduits à penser que les contraintes de cohérence ralentiront considérablement les cinétiques de montée dans les interfaces parallèles à la contrainte, et que la forte attraction des dislocations, vecteurs de déformation, vers les interfaces (001) où elles relâchent les contraintes de cohérence, conduise à une grande stabilité des configurations correspondantes. L'on peut ainsi émettre l'hypothèse que contrairement au schéma que nous avons imaginé pour des matériaux où $\delta \approx 0$, la montée dans les interfaces γ - γ' ne produise pas une part importante de la déformation, et que son rôle se réduise à assister le cisaillement de la phase γ et ainsi à contrôler la vitesse de déformation. Dans cette hypothèse, il est possible d'estimer la déformation de fluage produite durant la première heure de fluage.

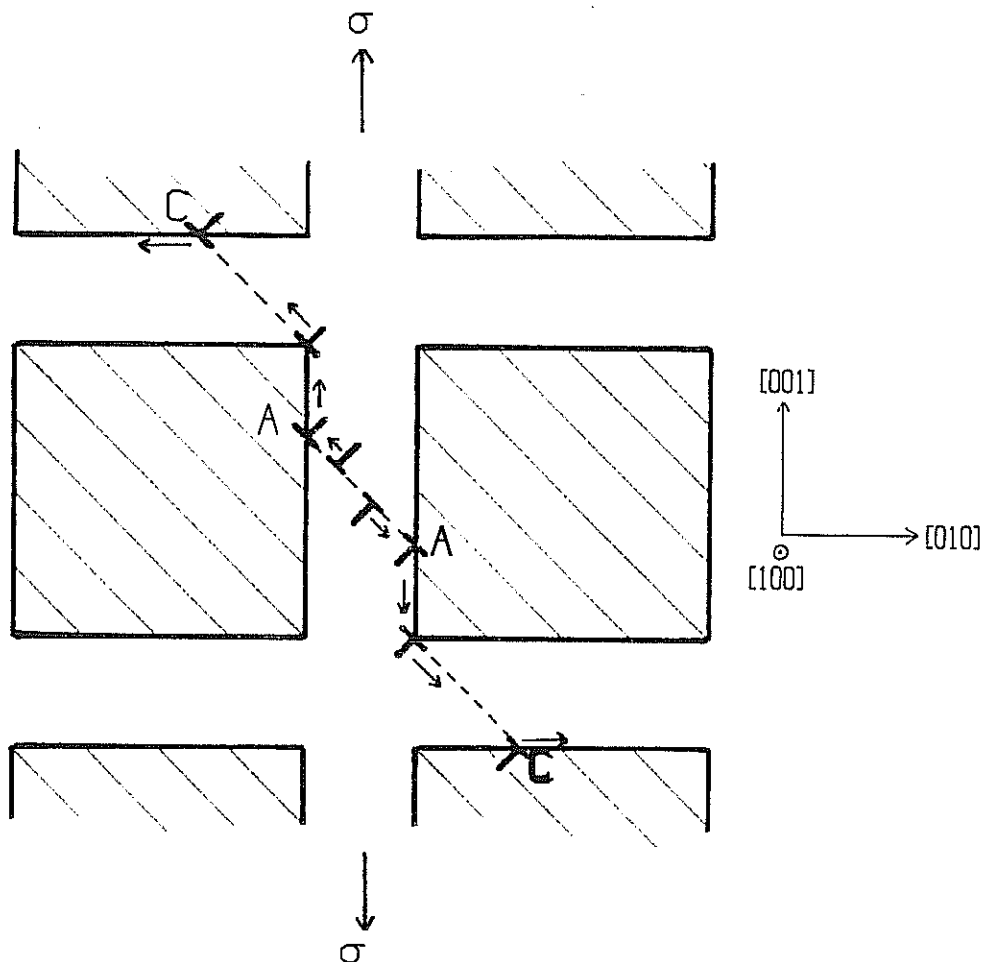


Figure V-15 : Schéma de déformation faisant intervenir le cisaillement de la phase γ et la montée dans les interfaces γ - γ' .

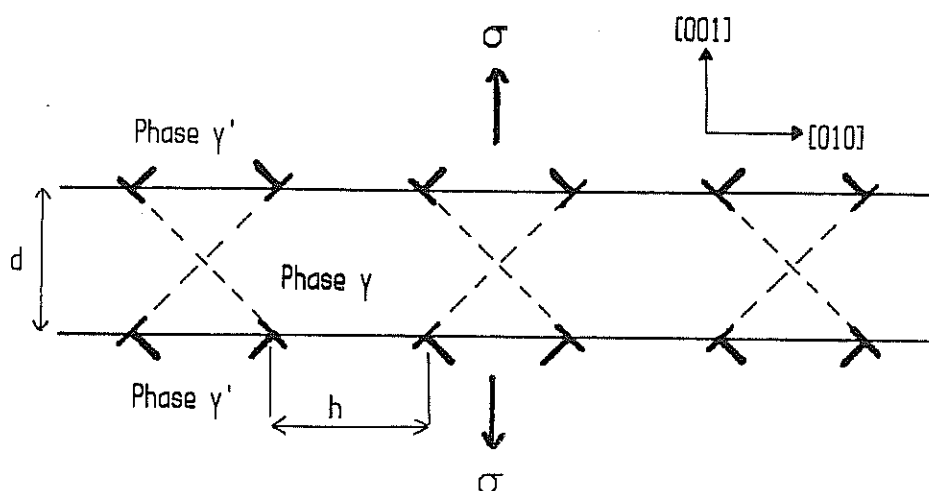


Figure V-16 : Modèle de répartition des dislocations bloquées dans les interfaces $[001]$ après avoir cisailé les couloirs $[001]$ de phase γ .

Comme l'indique la figure V-16 nous modéliserons les arrangements de dislocations comme résultant du cisaillement alterné des couloirs γ parallèles à la contrainte par des dislocations de type $\frac{1}{2}[011]$ et $\frac{1}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$ qui sont donc arrêtées dans les interfaces (001) où elles forment des lignes parallèles équidistantes.

Si d est l'épaisseur de la phase γ , L l'arête des précipités γ' , un tel cisaillement produit un allongement relatif des couloirs γ

$$\varepsilon_{\gamma} = \frac{|\vec{b}_1 + \vec{b}_2|}{h} = \frac{a}{h} \quad (V-11)$$

où h est la distance entre dislocations parallèles. Vu les fractions respectives de couloirs γ (001) et des régions non cisailées, l'efficacité de ce cisaillement n'est que de $d/(L+d)$, soit environ 12%. La déformation globale s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{d}{L+d} \varepsilon_{\gamma} = \frac{ad}{(L+d)h} \quad (V-12)$$

Si ρ est la fraction volumique de dislocations, supposées être toutes confinées dans les interfaces (001), la longueur de dislocation par unité de surface (001), ρ_S , s'écrit

$$\rho_S = \frac{(L+d)^3}{2L^2} \quad (V-13)$$

où $2L^2/(L+d)^3$ est la surface d'interface $\gamma-\gamma'$ (001) par unité de volume. Si l'on note que $\rho_S = 2/h$, il vient :

$$\varepsilon \approx 2,4 \times 10^{-4} \quad (V-14)$$

valeur à comparer à la déformation mesurée après 1h de fluage : $\approx 0,02\%$.

Ainsi, le modèle d'interaction entre interfaces (001) et dislocations de la phase γ que nous venons de présenter permet-il :

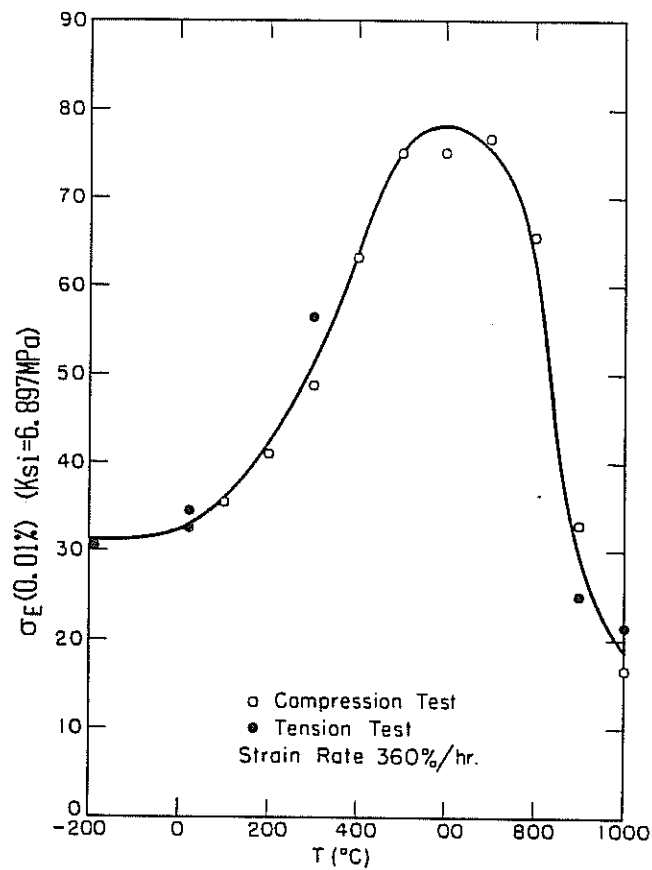


Figure V-17 : Contrainte d'écoulement d'un alliage (20%at Al, 10% Fe, 70% Ni) en fonction de la température, d'après Flinn (121).

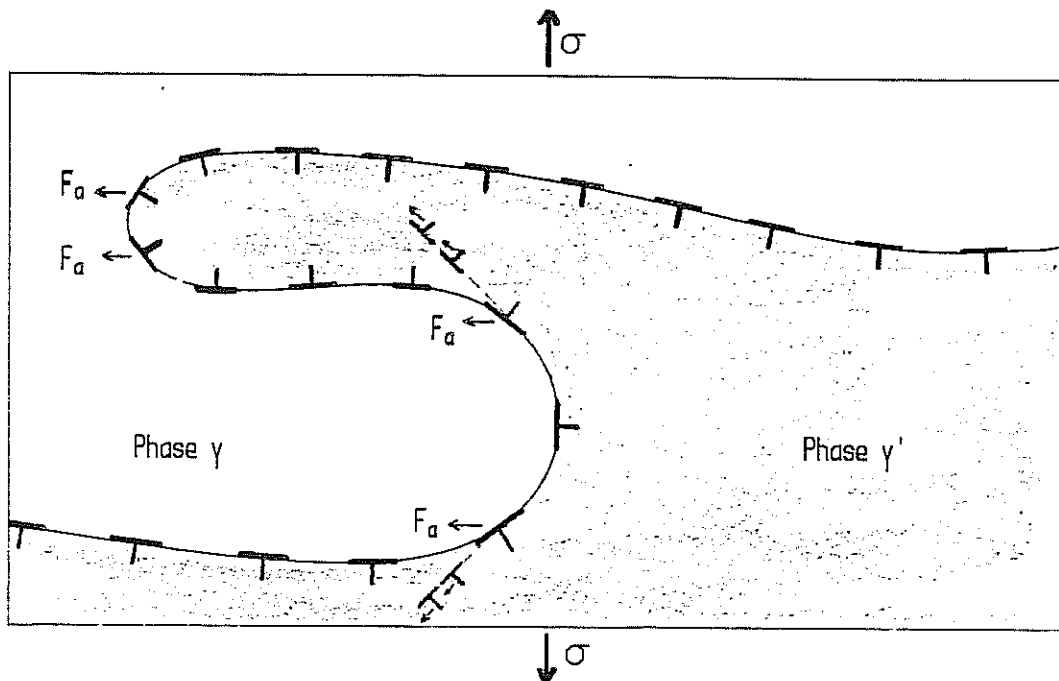


Figure V-18 : Interface γ - γ' irrégulière tapissée de dislocations coin relachant les contraintes de cohérence, et dont les demi-plans supplémentaires sont localement perpendiculaires à l'interface. Les forces dues à la contrainte appliquée sont indiquées.

- d'aboutir à une estimation de la déformation de fluage à partir de la mesure de la densité de dislocations;
- d'expliquer que durant les premiers stades du fluage de l'alliage, on observe que les dislocations sont principalement confinées dans les interfaces (001);
- d'interpréter que dans l'alliage 211 où δ a une amplitude plus faible ($\approx 10^{-3}$), les vitesses de fluage sont plus élevées dès les premiers stades du fluage.

2) CONTRIBUTION DU FRANCHISSEMENT DE LA PHASE γ' A LA DEFORMATION DE FLUAGE

Quatre facteurs nous paraissent devoir être pris en compte pour évaluer cette contribution :

- la contrainte d'écoulement de la phase γ'
- les configurations de dislocations aux interfaces γ - γ'
- la morphologie des phases γ et γ' , et par conséquent des interfaces
- le libre parcours moyen dans la phase γ' .

La contrainte d'écoulement de la phase γ' pure peut être estimée à l'aide des travaux de Flinn (121), qui a mesuré, pour des polycristaux monophasés γ' de composition atomique 70Ni-10Fe-20Al, la contrainte nécessaire pour atteindre une déformation plastique de 10^{-4} dans un large intervalle de températures (fig. V-17). La contrainte d'écoulement est d'environ 120 MPa à 1050°C.

Il est vraisemblable que le cisaillement de la phase γ' , qui nécessite le rapprochement de deux dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ identiques, n'est pas possible à ce niveau de contrainte si la densité de dislocations dans les interfaces est faible. Lorsque des réseaux de dislocations se sont formés, ceux-ci peuvent constituer des sources de paires de dislocations. Ce raisonnement est en accord avec le fait qu'après 20h de fluage, le cisaillement de γ' est observé, alors qu'il ne l'est pas après 1h de fluage.

La recombinaison de dislocations de type $[\dots 1]$ pour former des réseaux statiques dans les interfaces (001), qui sont largement majoritaires dans les structures en radeaux, n'est cependant pas favorable au cisaillement des plaquettes γ' . Celui-ci nécessite donc probablement des irrégularités dans les réseaux faisant apparaître des segments de dislocation dont les vecteurs de Burgers ont une composante selon $[001]$ non nulle.

La figure V-18 schématise une interface γ - γ' irrégulière tapissée de dislocations coin contribuant à relacher les contraintes de cohérence, et dont les demi-plans supplémentaires sont localement perpendiculaires à l'interface. L'analyse des forces appliquées à ces dislocations lorsqu'une contrainte est appliquée montre que celles-ci ne favorisent la pénétration de dislocations dans γ' que dans les régions où les particules γ' ont une courbure fortement négative.

L'on peut donc prévoir que dans ces régions, le franchissement de la phase γ' sera nettement facilité, et donc plus fréquent, car les dislocations qui y sont les plus aptes à relâcher les contraintes de cohérence sont sollicitées par le champ de contrainte appliqué dans un sens favorable à ce franchissement.

Au début de la formation de la structure en radeau (0 à 60h de fluage), la phase γ est enveloppante (voir fig. IV-26), et la probabilité de rencontrer des zones où des plaquettes γ' ont une courbure négative sera très faible.

Associés à la valeur élevée de la contrainte d'écoulement de la phase γ' comparée à la contrainte appliquée, ces arguments géométriques nous incitent à penser que les événements de franchissement de la phase γ' seront rares. Comme l'épaisseur des plaquettes de phase γ' n'augmente que peu et reste proche de l'arête des cuboïdes existant initialement, la vitesse de déformation associée au cisaillement des plaquettes γ' sera très faible.

La fréquence du franchissement de la phase γ' augmentera au fur et à mesure que la connexité de γ' croîtra. La phase γ' devient la phase enveloppante après environ 100h de fluage. Comme au-delà de ce stade, l'épaississement des plaquettes γ' est marqué, ce qui augmente le libre parcours de paires de dislocations dans cette phase, la vitesse de déformation de la phase γ' sera nettement croissante.

3) EVOLUTION DE LA VITESSE DE FLUAGE DURANT LE STADE PRIMAIRE

Nous tenterons d'analyser successivement les contributions des différents mécanismes de déformation durant les 60 premières heures de fluage (sous 140 MPa) durant les quelles se produit la mise en radeau de la microstructure, et où les interfaces γ - γ' se couvrent de réseaux de dislocations d'interface. Nous ne reviendrons cependant pas sur le cisaillement de la phase γ' , qui selon les arguments exposés au paragraphe précédent, devrait avoir une importance marginale durant ce stade.

a) La montée dans les interfaces γ - γ'

Nous avons vu que durant les premiers stades, les contraintes de cohérence limitent les cinétiques de montée généralisée dans les interfaces γ - γ' .

Il est vraisemblable que les vitesses de déformation par montée décroissent ultérieurement. En effet :

- La mise en radeau de la microstructure signifie que l'extension latérale des particules croît, atteignant une dizaine de microns après 20h de fluage (voir tableau IV-8). Ceci constitue donc une limitation géométrique importante pour les cinétiques de déformation par montée.
- La recombinaison de dislocations de type $\langle \dots 1 \rangle$ pour constituer dans les interfaces (001) des réseaux statiques formés de vecteurs de Burgers $\langle \dots 0 \rangle$ produit des configurations d'une grande stabilité vis à vis de la contrainte appliquée.

b) Le cisaillement de la phase γ

Un des faits marquants de ce stade du fluage est l'épaississement considérable ($\approx \times 10$) des plaquettes de phase γ (voir fig. IV-30). Pour une même pénétration dans la phase γ des segments vis de dislocations cisillant cette phase, l'efficacité de ce cisaillement croît considérablement, comme l'indique le tableau ci-après.

Temps de fluage (h)	Epaisseur de γ d (nm)	Epaisseur de γ' L (nm)	Efficacité de cisaillement $\frac{d}{L+d}$
0	40	260	0,13
20	180	260	0,41
50	280	320	0,47
100	360	390	0,48

Or, parallèlement, la connexité de la phase γ décroît (fig. IV-26), et il en va donc certainement de même pour le libre parcours moyen de segments de dislocations cisillant la phase γ . Géométriquement parlant, celui-ci n'est pas limité dans l'état microstructural initial, où γ est totalement continue, et ne peut excéder la longueur des plaquettes γ dans une microstructure en radeau.

A ces arguments purement géométriques, il convient d'ajouter des considérations dynamiques. L'épaississement de γ et la formation de réseaux de dislocations statiques compensant l'écart paramétrique ont en effet deux conséquences opposées :

- la contrainte d'Orowan diminue considérablement. De l'ordre de 340 MPa pour des couloirs de 40 nm, elle prend une valeur de $\tau \approx 50$ MPa lorsque l'épaisseur des plaquettes γ est de 300 nm comme après 50h de fluage.
- la formation de réseaux de dislocations statiques conduit à une diminution des contraintes de cohérence résiduelles, qui assistent donc de moins en moins le mouvement de dislocations dans la phase γ . La contrainte perçue par ces dislocations passe donc d'un multiple de la contrainte appliquée à une valeur qui peut lui devenir inférieure si localement la densité des réseaux d'interface dépasse celle correspondant à la meilleure compensation de l'écart paramétrique.

A partir de considérations purement qualitatives, il paraît délicat d'estimer comment la vitesse de déformation liée au cisaillement de la phase γ

évoluera. Etant donné que la vitesse de fluage globale décroît durant ce stade, une contribution décroissante du cisaillement de la phase γ paraît raisonnable.

Si l'on considère, comme schématisé sur la figure V-19, que l'épaississement des plaquettes γ est en relation avec leur cisaillement, la forme de la courbe donnant l'épaisseur de la phase γ en fonction du temps (fig. IV-30), qui indique une décroissance de la vitesse d'épaississement de la phase γ durant le stade primaire, semble justifier cette approche.

4) MODELISATION DES DIVERS STADES DU FLUAGE

L'analyse de l'effet de la morphologie de la microstructure sur les mécanismes responsables de la déformation et sur leurs cinétiques nous permet une interprétation des différents stades du fluage, dans le cas du 221 sollicité à 1050°C sous 140 MPa (fig. V-20).

Durant les premiers stades ($\approx 1h$, stade I), la déformation est essentiellement confinée dans les couloirs de la phase γ perpendiculaires à la contrainte. Le cisaillement de γ , assisté par les contraintes de cohérence, laisse dans les interfaces des segments dont la mobilité est considérablement réduite par ces mêmes contraintes de cohérence. La faible déformation enregistrée à ce stade, malgré une intense multiplication des dislocations, tient donc à la faible proportion de matériau déformé ($\approx 13\%$).

Durant le reste du fluage primaire (stade II), qui s'étend jusqu'à environ 60h, se produit la mise en radeau de la microstructure, qui apporte une limitation supplémentaire, géométrique, à la déformation par montée dans les interfaces.

La déformation est ici principalement produite par le cisaillement de la phase γ . Il conduit à la formation de réseaux de dislocations d'interface, qui par recombinaison prennent dans les interfaces (001) un caractère statique, compensant l'écart à la cohérence. Deux facteurs contribuent à diminuer la vitesse de déformation correspondante : - la diminution de la connexité de γ . - la décroissance des contraintes de cohérence résiduelles lorsque la densité

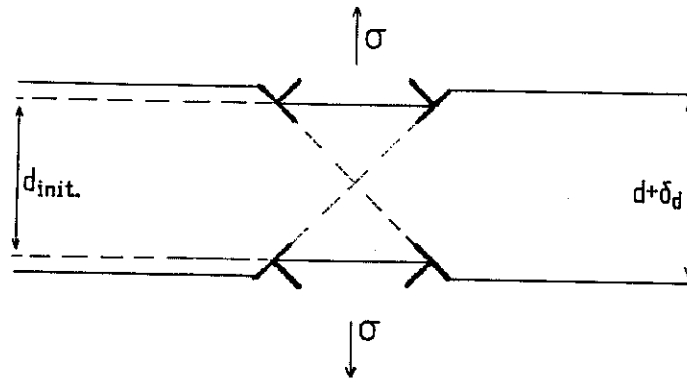


Figure V-19 : Schéma illustrant la contribution du cisaillement des couloirs de phase γ perpendiculaires à la contrainte à leur épaisseur.

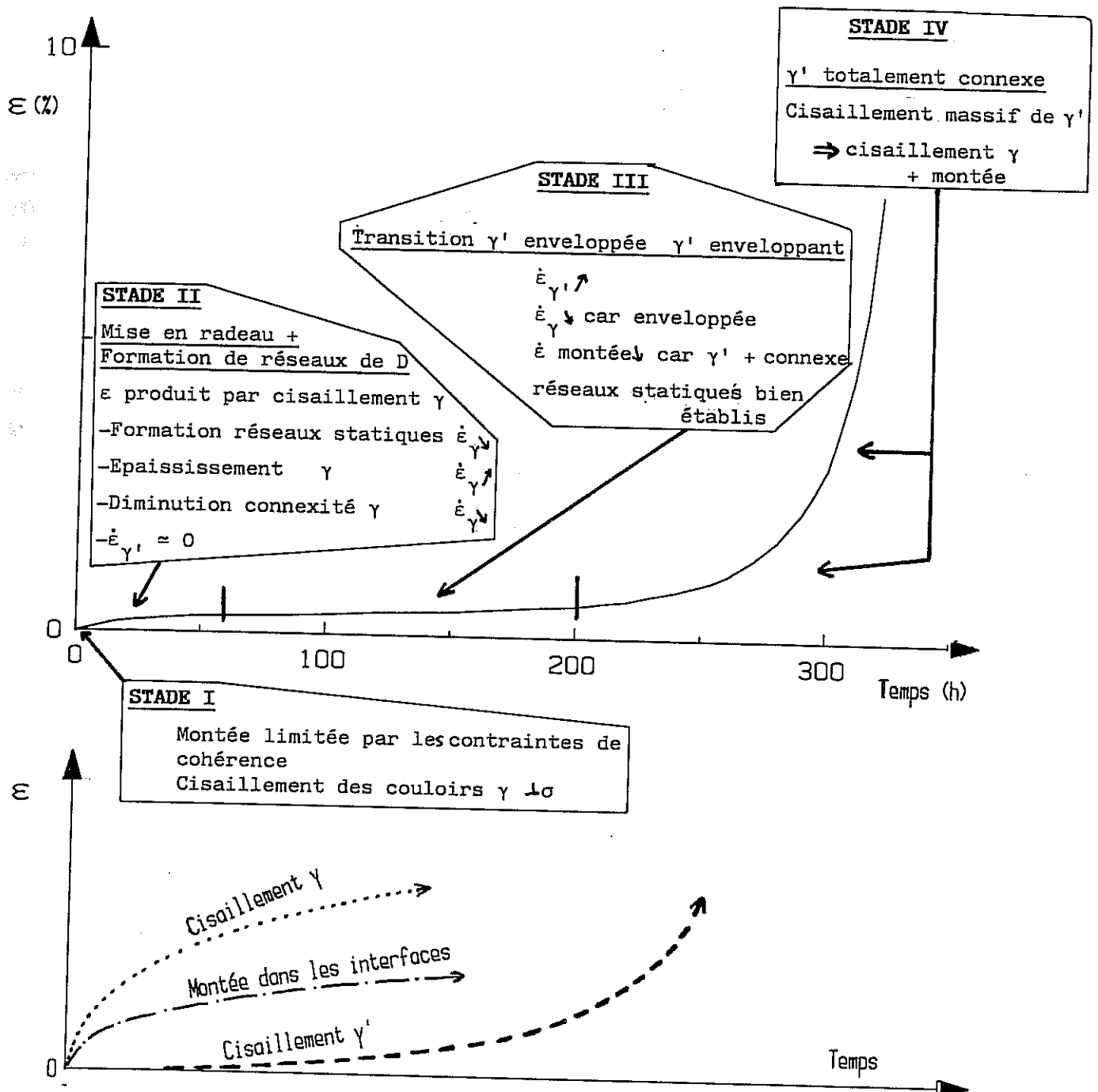


Figure V-20 : Représentation des mécanismes responsables des différents stades du fluage.

de dislocations situées aux interfaces croît. A l'opposé, l'épaississement, très marqué, des plaquettes de phase γ , lui-même en relation avec la déformation de cette phase, conduit à une diminution de la contrainte d'Orowan correspondante et à une augmentation de la proportion du matériau qui peut être cisailée. Il semble que la résultante de ces contributions soit une vitesse de déformation décroissante. Durant ce stade, le cisaillement des plaquettes γ' , qui commence à être observé, reste relativement marginal dans une microstructure où les interfaces γ - γ' sont orientées suivant (001) et couvertes de réseaux statiques.

Le stade III (≈ 60 à $200h$) voit la phase γ' passer de l'état de phase enveloppée à celui de phase enveloppante. Les zones où des plaquettes γ' ont une courbure négative, qui sont des sites favorables à l'émission de dislocations dans cette phase, deviennent plus fréquentes et la vitesse de déformation correspondante augmente donc. Dans le même temps, l'enveloppement de γ diminue probablement la vitesse de déformation associée à cette phase seule. Une diminution de la contribution de la montée dans les interfaces n'est pas non plus exclue, car la longueur des particules de phase γ' connexes continue d'augmenter.

La résultante de ces diverses contributions est durant ce stade de transition une vitesse de déformation sensiblement constante.

Le stade IV intervient lorsque les propriétés de connexité des deux phases ont été complètement inversées : la microstructure consiste en plaquettes γ allongées dans le plan perpendiculaire à la contrainte dans une phase γ' qui semble presque totalement continue (voir par ex. fig. V-15, $250h$ de fluage). Il existe alors un grand nombre de sites favorables à l'émission de dislocations vers la phase γ' et celle-ci est massivement cisailée. Les particules γ , qui peuvent être franchies par de simples dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ ne constituent pas des obstacles très efficaces et la déformation se produit donc dans tout le volume du monocristal. Il en résulte une accélération spectaculaire de la vitesse de déformation, déformation faisant intervenir le cisaillement simultané des deux phases et la montée dans les interfaces.

5) MODELE DE COALESCENCE ORIENTEE BASE SUR LES MOUVEMENTS DE DISLOCATIONS

Durant les premiers stades du fluage sous contrainte uniaxiale d'un alliage où $\delta < 0$, des dislocations sont essentiellement présentes dans les interfaces (001) alors que les interfaces (100) et (010) parallèles à la contrainte en sont essentiellement dépourvues. En effet, les dislocations qui sous l'effet de la contrainte de tension appliquée se dirigent vers les interfaces (001) y contribuent à relâcher les contraintes de cohérence (fig. V-15). A l'opposé, la contrainte appliquée tend à rapprocher des interfaces (100) et (010) des dislocations aggravant l'écart paramétrique.

Ainsi, la multiplication des dislocations conduira à une compensation de l'écart paramétrique beaucoup plus rapide sur les faces (001) qui auront ainsi une énergie plus faible que les interfaces parallèles à la contrainte. Les interfaces (001) prendront une extension latérale au détriment des interfaces (100) et (010) qui tendront à disparaître en s'accostant, donnant ainsi naissance à un schéma de coalescence de type N.

L'inversion du sens de la contrainte ou du signe de δ conduit par le même type de raisonnement à un schéma de coalescence de type P.

Ce type de modèle aboutit donc essentiellement aux mêmes conclusions que des modèles purement élastiques décrits au chapitre IV.

V-B-4. VALEUR OPTIMALE DE L'ECART PARAMETRIQUE POUR LA RESISTANCE AU FLUAGE A 1050°C.

Il ressort de l'analyse des mécanismes de déformation détaillée au paragraphe précédent que la meilleure résistance au fluage sera obtenue dans les alliages où :

- sous l'effet de la contrainte appliquée se développe rapidement une structure en radeaux à fort taux d'élancement, ce qui correspond au mécanisme de renforcement invoqué par Pearson et coll. (40, 81).

- les contraintes de cohérence sont suffisamment intenses pour réduire la mobilité des dislocations situées dans les interfaces γ - γ' au début du fluage et limiter ainsi la déformation par montée dans les interfaces tant que celle-ci est géométriquement possible.

Il est clair qu'un fort taux d'élancement de la structure en radeau nécessite une fraction volumique de phase γ' élevée à haute température.

Une affinité marquée pour la coalescence de type N, et un champ de contraintes de cohérence intense, seront obtenus pour des valeurs négatives et d'une amplitude suffisante de l'écart paramétrique.

Cette interprétation est en accord avec les données expérimentales rapportées au tableau V-1 qui montrent que la résistance au fluage à 1050°C est la plus élevée dans les alliages où $f_v^{\gamma'} > 60\%$ et dont l'écart paramétrique est négatif et inférieur à -2×10^{-3} environ.

Nous allons cependant voir dans le paragraphe suivant qu'une amplitude trop forte de δ n'est pas non plus souhaitable.

1) RELATION ENTRE δ ET STABILITE STRUCTURALE

Dans l'alliage 221 exposé sous contrainte pendant plusieurs centaines d'heures à 950°C ou 1050°C, nous n'avons pas observé de phases topologiquement compactes (σ , μ ...). Un calcul de type "New Phacomp" (122) appliqué aux alliages 221, AM1 et CMSX-2 a d'autre part montré (12) que les niveaux d'énergie Md de leur phase γ est comparable, de l'ordre de 0,91 eV, soit en deçà du seuil d'instabilité prévu par ce type de calcul.

Dans l'alliage MXON étudié par Khan et coll. (42) et dans lequel l'exposition à haute température provoque l'apparition de phase μ , nous avons déterminé une énergie Md de 0,92 eV (12), soit au-delà du seuil d'instabilité. Pour cet alliage dont la composition est dérivée du CMSX-2, une estimation de $f_v^{\gamma'}$ à 1050°C et de la composition des phases γ et γ' par la méthode décrite en annexe IV laisse prévoir que l'écart paramétrique soit inférieur d'environ 2×10^{-3} à la valeur correspondant au CMSX-2, ce qui conduit à $\delta \approx -5 \times 10^{-3}$.

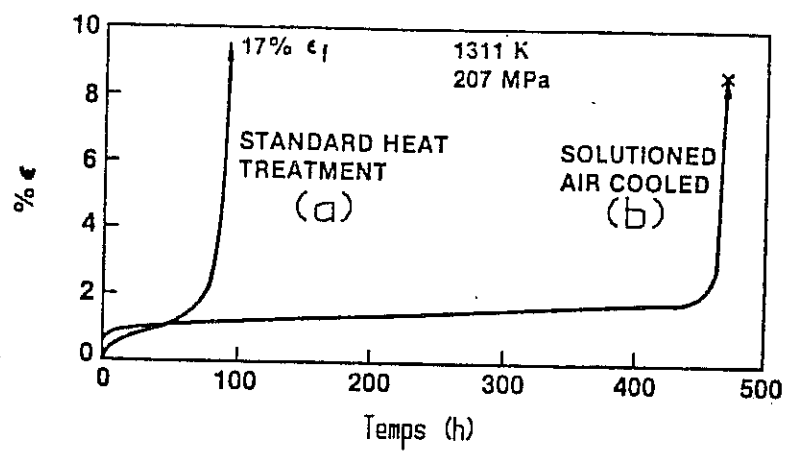


Figure V-21 : Effet du traitement thermique sur la résistance au fluage à 1038 °C de l'alliage MMT143, d'après (81).

- a) Traitement 1320 °C, 16h trempe air + 1080 °C, 4h + 870 °C, 16h.
- b) Traitement 1320 °C, 16h.

Dans les deux autres alliages où l'amplitude de δ est également importante, le NASAIR 100 ($\delta = 5,5 \times 10^{-3}$) et le MMT 143 étudié à l'origine par Pearson et coll. (40, 81) ($\delta \approx -8 \times 10^{-3}$ (54)) des phénomènes d'instabilité structurale ont été observés. Dans le premier cas, il s'agissait de αW et de phase μ (38) et dans le deuxième, de phase δ Ni MO (46).

Il semble donc qu'une valeur de δ inférieure à -5×10^{-3} environ, obtenue grâce à des teneurs importantes en Cr, Mo ou W dans la phase γ soit synonyme de phénomènes d'instabilité structurale, généralement considérés comme étant néfastes pour les propriétés d'emploi de ces matériaux.

2) AMPLITUDE DE δ ET TRAITEMENT THERMIQUE OPTIMAL

Caron et Khan (39, 45) ont comme nous l'avons mentionné au chapitre II (II-C-1-2) observé qu'un traitement de 1er revenu T2 (1050°C, 16h), établissant une population de précipités γ' cuboïdaux alignés selon les axes du cube, d'une taille moyenne d'environ 0,45 μm , conférait des propriétés en fluage dans la gamme 760°C-1050°C nettement supérieures à celles obtenues avec le traitement T1 (980°C, 16h) qui conduit à des précipités de forme plus irrégulière et distribués d'une façon plus irrégulière, d'une taille moyenne d'environ 0,3 μm .

A 1050°C, Caron et Khan ont attribué la meilleure tenue au fluage du traitement T2 à la plus grande perfection de la structure en radeau se développant dans une microstructure où des précipités γ' cuboïdaux sont initialement alignés selon les axes $\langle 100 \rangle$.

Cette interprétation paraît confortée par le fait que dans le NASAIR 100 où du fait d'une plus grande amplitude de δ , un traitement de type T1 établit déjà des précipités cuboïdaux (48), et que pour cet alliage, un traitement de type T2 n'apporte aucun gain de durée de vie en fluage (123).

Le cas du MMT 143 paraît extrême, comme l'indique la figure V-21 (81). La durée de vie en fluage à 1038°C est la plus élevée lorsque les précipités γ' sont très fins ($\approx 0,2 \mu m$), ce qui est réalisé par un traitement de remise en solution suivi d'une trempe sévère. C'est ainsi qu'est obtenue la structure en radeau la plus fine et parfaite. Une importante détérioration des propriétés

en fluage résulte d'un premier revenu de type T1. Cela illustre la forte instabilité vis à vis des maintiens sans contrainte à haute température, de la microstructure optimale pour la résistance au fluage de cet alliage.

Ainsi, plus l'amplitude de δ est élevée, plus les précipités γ' devront être fins. Comme les aubes mobiles sont soumises à des revenus à haute température afin d'effectuer des traitements de protection ou des opérations de brasage, il ne paraît pas possible dans la pratique de tirer bénéfice d'une amplitude de δ très élevée.

3) FOURCHETTE OPTIMALE POUR L'ECART PARAMETRIQUE

Pour des raisons relatives tant à des questions de stabilité structurale qu'à la compatibilité avec l'application d'un traitement de premier revenu, des amplitudes d'écart paramétrique supérieure à environ 5×10^{-3} à 1050°C sont donc à déconseiller. Des valeurs de δ d'environ -2 à -5×10^{-3} semblent optimales. Ce sont précisément celles rencontrées dans les alliages 221, 210-Nb et AM1, dont les compositions sont protégées par un brevet (8). Les amplitudes de δ les plus faibles de cette fourchette doivent cependant être associées à des fractions de phase γ' très élevées comme dans le 221, ce qui se traduit par une fenêtre de remise en solution très réduite. Des valeurs de -3 à -4×10^{-3} comme dans l'AM1 et le 210-Nb semblent les plus aptes à concilier des propriétés en fluage élevées et une fenêtre de remise en solution raisonnable et à éviter l'apparition d'instabilités structurales.

Dans des matériaux comme le 221, le 210-Nb et l'AM1, un traitement de type T2, ie 1050°C , 16h, 1100°C , 4 à 5h ou 1150°C , 1h, qui semble compatible avec les impératifs industriels, confère les propriétés en fluage optimales, notamment à 1050°C .

La fourchette relativement étroite des valeurs de l'écart paramétrique implique que lors de l'élaboration, la composition effective de l'alliage doit être étroitement maîtrisée. Comme nous l'avons vu au chapitre III, des variations de fraction volumique de phase γ' , notamment par l'intermédiaire de la teneur en Al modifient rapidement l'écart paramétrique. De même la concentration en chrome doit être contrôlée dans une fourchette de teneurs assez étroite.

V-C. CONCLUSION

L'observation des structures de dislocation présentes dans l'alliage 221 après divers temps de fluage à 1050°C sous 140 MPa a permis les constatations suivantes :

- Durant la première heure de fluage; la densité de dislocations croît considérablement, passant de moins de 10^{12} m^{-2} à $5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ environ. La phase γ' ne semble pas être cisailée et la déformation procède grâce au glissement dévié répété entre plans $\{111\}$ de dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ dans la phase γ' , les interfaces $\gamma-\gamma'$ se tapissent de dislocations, mais celles-ci sont les plus fréquemment observées dans les interfaces perpendiculaires à la contrainte, plutôt que dans celles qui lui sont parallèles.

- Simultanément, à la mise en radeau de la microstructure, la multiplication des dislocations conduit à la formation de réseaux de dislocations d'interface. L'analyse du signe des vecteurs de Burgers montre que ces réseaux tendent toujours à compenser l'écart paramétrique. De plus la taille des mailles de ces réseaux correspond assez près à l'amplitude d'écart paramétrique de cet alliage.

- Le cisaillement de la phase γ' est observé lorsque des réseaux de dislocations d'interface sont formés et semble plus fréquent lorsque le fluage tertiaire a conduit à la rupture.

Les mécanismes de déformation contrôlant la vitesse de fluage de l'alliage 221 sous 140 MPa ont été analysés :

Durant les premiers stades, les contraintes de cohérence qui sont du même ordre que la contrainte appliquée, lorsque $\delta \approx -2 \times 10^{-3}$, jouent un rôle important car elles limitent les cinétique de montée des dislocations dans les interfaces. La déformation n'est donc principalement véhiculée que dans les couloirs de phase γ perpendiculaires à la contrainte, où le mouvement des dislocations est assisté par la présence des contraintes de cohérence.

L'épaisseur de ces couloirs ne représente que 13% environ de celle du matériau, ce qui explique que malgré une intense multiplication des dislocations, la déformation en reste très faible.

La mise en radeau de la microstructure, durant le stade primaire, apporte une limitation géométrique aux mouvements de montée des dislocations dans les interfaces. La déformation est encore ici principalement produite par le cisaillement de la phase γ , qui conduit à la formation de réseaux de dislocations d'interface qui par recombinaison prennent un caractère statique. Le cisaillement des plaquettes γ' commence à être observé mais reste relativement marginal.

Le stade secondaire voit la phase γ' passer de l'état de phase enveloppée à celui de phase enveloppante. Le franchissement de la phase γ' est ainsi facilité et devient plus fréquent. Durant ce stade de transition, s'établit un équilibre entre la vitesse de déformation croissante associée à la phase γ' et une vitesse décroissante associée au cisaillement de γ et à la montée dans les interfaces.

Le stade tertiaire intervient lorsque les propriétés de connexité des deux phases ont été complètement inversées. Les sites favorables à l'émission de dislocations vers la phase γ' deviennent très fréquents et cette phase est massivement cisailée. La déformation est facilement transmise aux plaquettes γ et se produit donc à présent dans tout le volume du matériau. Il en résulte une accélération spectaculaire de la vitesse de déformation.

Cette analyse permet également :

- de proposer un modèle de coalescence orientée basé sur les mouvements de dislocations, qui prévoit un schéma de coalescence de type N pour un alliage à écart paramétrique négatif sollicité en tension, et un schéma de type P si le signe de δ ou le sens de la contrainte est inversé. Ceci est en accord d'une part avec les observations expérimentales, d'autre part avec les prévisions des modèles élastiques exposés au chapitre IV.

- de prévoir, conformément à l'expérience, que les matériaux possédant à 1050°C une fraction volumique de phase γ' élevée et un écart paramétrique négatif d'amplitude élevée auront une meilleure résistance au fluage à cette température.

Une limitation à l'amplitude de δ doit cependant être apportée pour éviter des phénomènes d'instabilité structurale et pour qu'un traitement de premier revenu puisse être appliqué sans détériorer la résistance au fluage.

Les propriétés optimales semblent ainsi obtenues dans les matériaux possédant à 1050°C une fraction volumique de phase γ' de 65% environ et un écart paramétrique de -3 à -4×10^{-3} , ce qui est précisément le cas des alliages 210-Nb et AM1, dont les compositions sont protégées par brevet.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le contexte industriel dans lequel s'insérait cette recherche était celui d'un programme de développement d'alliages base nickel pour aubes mobiles monocristallines. Il a débouché sur la définition d'une famille d'alliages possédant d'excellentes caractéristiques en fluage à chaud.

Le but essentiel poursuivi au cours de cette étude a consisté à tenter de relier le comportement en fluage à 1050°C de monocristaux d'orientation [001] à des caractéristiques physiques simples propres à chaque composition. A une telle température, l'application d'une contrainte conduit à des phénomènes de coalescence orientée, dont deux types de morphologie ont été observés :

- le développement de plaquettes γ et γ' allongées selon le plan normal à une contrainte uniaxiale de tension (coalescence de type N)
- la formation de familles de plaquettes de phase γ' dans les plans (100) et (010) parallèles à la contrainte appliquée (coalescence de type P).

La méthodologie que nous avons utilisée a consisté à sélectionner une dizaine d'alliages de composition très différente et couvrant un vaste domaine de fraction volumique de phase γ' à la température considérée, de l'ordre de 20 à 70%. Nous avons cherché à caractériser ces matériaux du point de vue mécanique, par leur résistance au fluage, et du point de vue physique, par la détermination de l'écart paramétrique $\delta = (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / a_{\gamma}$, et la mesure ou l'estimation de la fraction volumique de phase γ' . Nous avons également effectué, pour deux alliages retenant à 1050°C des teneurs en phase γ' élevées, une analyse quantitative des changements morphologiques de la microstructure intervenant au cours du fluage afin de tenter de relier les différents stades du fluage à des paramètres morphologiques et de différencier les microstructures des deux alliages. Dans un dernier temps, nous avons caractérisé les structures de dislocations à différents stades du fluage.

Les conclusions auxquelles les différents résultats expérimentaux obtenus nous ont permis d'aboutir sont les suivantes :

1) L'écart paramétrique décroît algébriquement avec la température dans les alliages base nickel durcis par phase γ' . Ceci conduit pour plusieurs compositions à un changement de signe de δ lorsque la température s'élève, fait qui ne semblait pas jusqu'à ce jour avoir été établi expérimentalement. De plus, nous avons pu :

- expliquer qualitativement, à l'aide d'hypothèses simples, le degré de variation de δ avec la température en fonction de la composition;
- établir un modèle pour prévoir l'effet de modifications de composition sur la valeur de δ à 1050°C. Ce modèle, qui interprète correctement les mesures de δ , permet en outre de distinguer deux modes d'action sur δ :
 - i) par modification de la composition d'une phase où un élément se répartit préférentiellement, à fraction volumique de phase γ' constante.
 - ii) par modification de $f_v^{\gamma'}$, ce qui induit indirectement des variations dans la composition des deux phases. Le modèle permet en outre de comprendre pourquoi δ est négatif à haute température dans les matériaux qui y conservent une fraction de phase γ' élevée ($> 60\%$), alors que les deux signes de δ sont observés pour les alliages $f_v^{\gamma'}$ plus faibles.

2) Il existe une corrélation, établie pour 14 compositions, entre le type de coalescence sous contrainte observé et la valeur de δ à la température de sollicitation : pour une contrainte de tension, des morphologies de coalescence de type N se développent lorsque δ est négatif, et probablement également si δ est faiblement positif ($0 < \delta < 2 \times 10^{-3}$), alors que la coalescence de type P est observée lorsque δ est plus fortement positif.

Si l'on suppose qu'aux températures considérées le module d'Young de la phase γ' est supérieur à celui de la phase γ , des modèles basés sur des considérations de minimisation d'énergie élastique permettraient de prévoir correctement cette corrélation. Faute de données expérimentales adéquates, cette hypothèse, qui n'est pas invraisemblable, n'a pas encore pu être vérifiée.

3) Nous avons appliqué l'analyse d'images automatique à l'étude de la coalescence de type N en fluage à 1050°C dans deux alliages retenant à cette température des fractions de phase γ' supérieures à 60%. Il a ainsi été possible de constater que l'alliage possédant la plus grande amplitude de δ développe le plus fort taux d'élancement des phases γ et γ' dans le plan perpendiculaire à la contrainte. L'utilisation du paramètre nombre de connexité de la phase γ' a permis de montrer que lorsque δ est suffisamment négatif, la phase γ' devient progressivement la phase enveloppante. De plus, l'augmentation catastrophique de la vitesse de déformation qui caractérise le fluage tertiaire à 1050°C intervient lorsque la microstructure consiste en une phase γ' presque totalement connexe contenant des plaquettes de phase γ allongées dans le plan perpendiculaire à la contrainte.

Il apparaît également clairement que les changements morphologiques de la phase γ , ie épaississement d'un ordre de grandeur et passage de l'état de matrice à celui de phase enveloppée, sont tels que la description de l'évolution de la microstructure en termes de coalescence orientée de la phase γ' sont insuffisantes.

4) L'analyse des structures de dislocations formées au cours du fluage à 1050°C sous 140 MPa d'un alliage coalescent selon le mode N, en relation avec la morphologie de la microstructure nous a suggéré les interprétations suivantes :

- durant les premiers stades, les contraintes de cohérence peuvent être du même ordre que la contrainte appliquée, et conduisent à une limitation des cinétiques de montée des dislocations dans les interfaces d'autant plus grande que l'amplitude de δ est importante. La déformation se produit essentiellement par le cisaillement des couloirs de phase γ perpendiculaires à la contrainte et seule une faible proportion (< 15%) du matériau est ainsi déformée.

- La mise en radeaux de la microstructure apporte une limitation géométrique aux cinétiques de déformation par montée dans les interfaces.

- Parallèlement, le cisaillement de la phase γ conduit à la formation de réseaux de dislocations d'interface qui, par recombinaison acquièrent un caractère statique dans les interfaces (001) perpendiculaires à la contrainte.

- Le cisaillement de la phase γ' , qui demeure relativement marginal tant que la phase γ est connexe, devient de plus en plus fréquent au fur et à mesure que le nombre de zones où des plaquettes γ' ont une courbure négative croît. Ces zones sont en effet des sites favorables à l'émission de dislocations dans cette phase. Le fluage secondaire correspond ainsi à un équilibre entre une contribution décroissante à la déformation de la montée dans les interfaces et du cisaillement de la phase γ et une contribution croissante du franchissement de la phase γ' par des paires de dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$. Le fluage tertiaire intervient lorsque cette dernière contribution devient dominante, dans une microstructure consistant d'une phase γ' quasi-continue contenant des plaquettes de phase γ et se produit donc à présent dans tout le volume du monocristal. Il en résulte une accélération spectaculaire de la vitesse de déformation.

A l'issue de cette étude, nous sommes ainsi en mesure de comprendre pourquoi la meilleure résistance au fluage à 1050°C de monocristaux d'orientation [001] est obtenue pour les alliages conservant une fraction volumique de phase γ' élevée et possédant un écart paramétrique suffisamment négatif. Le meilleur compromis, permettant de concilier propriétés mécaniques élevées, stabilité structurale, existence d'une fenêtre de remise en solution et aptitude aux traitements de revenu, semble être constitué par une fraction de phase γ' d'environ 65% et un écart paramétrique de l'ordre de -3 à -4×10^{-3} à 1050°C. Le fait que l'alliage AM1, retenu comme matériau pour aubes mobiles du premier étage du moteur M88 de la SNECMA, ainsi que l'alliage 210-Nb, et dans une moindre mesure, l'alliage 221 remplissent ces conditions, confirme que le domaine de compositions protégé par le brevet FR 83 20 986 (8) constitue un choix judicieux. Il devrait de plus être possible d'utiliser les méthodes d'estimation de δ et de $f_v^{\gamma'}$ que nous avons développées pour contribuer à établir des tolérances sur les écarts de teneurs en éléments d'alliage par rapport à une composition nominale.

Parmi les perspectives possibles, nous en citerons deux :

- la première, qui revêt avant tout un intérêt scientifique, serait de tenter de comprendre les mécanismes régissant le fluage à des températures plus basses que celle que nous avons étudiée mais où les phénomènes de coalescence orientée sont encore nettement perceptibles. En effet, malgré des similitudes dans les morphologies de coalescence, il n'est pas du tout certain que la résistance au fluage puisse être reliée de façon simple à l'écart paramétrique et à la fraction de phase γ' . Un abaissement de la température modifie en effet profondément les cinétiques de coalescence et les vitesses de multiplication des dislocations. De plus, l'élévation de la contrainte, associée à des contraintes de cohérence variant peu avec la température, pourrait modifier l'influence de l'écart paramétrique sur la résistance au fluage.
- la seconde perspective serait de tenter, à l'aide de paramètres morphologiques appropriés mesurés par analyse d'image, d'établir pour un temps d'exposition fixé, une cartographie des morphologies de coalescence en fonction de la température et de la contrainte. Une telle démarche pourrait en effet revêtir un intérêt industriel : l'inspection de la microstructure d'une zone d'une pièce dont la sollicitation principale est le fluage uniaxial selon une direction $[001]$ permettrait une estimation du couple température/contrainte auquel est soumis localement la pièce. D'autre part, l'établissement de valeurs limites à certains paramètres morphologiques critiques fixerait les seuils de sécurité à ne pas dépasser en service et fournirait des valeurs numériques de ces paramètres au delà desquelles la régénération des aubes serait soit conseillée, soit impérative.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BIBLIOGRAPHIE

- (1) J.P. HERTEMAN, Matériaux et Techniques, Oct.Nov. 1985, 559.
- (2) S.M. COPLEY et B.H. KEAR, Trans. TMS-AIME 239, (1967), 977.
- (3) F.L. VERSNYDER et R.W. GUARD, Trans. ASM 52, (1960), 485.
- (4) B.J. PIEARCEY et F.L. VERSNYDER, SAE J. 74, (1966), 84.
- (5) B.H. KEAR et B.J. PIEARCEY, Trans. TMS-AIME 239, (1967), 1209.
- (6) Demande de brevet déposée aux Etats-Unis le 25.5.77, N° 800.505.
- (7) M. GELL, D.N. DUHL et A.F. GIAMEI, Proc. 4th Int. Symp. on Superalloys, ASM, (1980), 205.
- (8) J.H. DAVIDSON, A. FREDHOLM, T. KHAN et J.M. THERET, demande de brevet déposée en France le 29.11.1983, n° 83.20986.
- (9) A. FREDHOLM et J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 81/101, Nov. 1982.
- (10) A. FREDHOLM et J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 82/100, Etude 3, Mai 1983.
- (11) A. FREDHOLM et J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention SNECMA/ARMINES n° 366/811SY, Février 1984.
- (12) A. FREDHOLM et J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 84.035 thème 1, Etude 2, Mai 1985.
- (13) A. ABDELMASSIH, A. FREDHOLM, L. REMY, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 80/363, Avril 1982.
- (14) P. BOIS, R. CHIERAGATTI, A. FREDHOLM, L. REMY, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 82/100, Etude 1, Mai 1983.
- (15) G.R. LEVERANT et B.H. KEAR, Metall. Trans., 1, (1970), 491.
- (16) G.R. LEVERANT, G.H. KEAR et J.M. OBLAK, Metall. Trans., 4, (1973), 355.
- (17) C. CARRY, C. HOUIS et J.L. STRUDEL, Mém. Et Sci. Rev. Metall., 78, (1981), 139.
- (18) C. CARRY, C. HOUIS et J.L. STRUDEL, Mém. Et. Sci. Rev. Metall., 78, (1981), 337.
- (19) J.K. TIEN et S.M. COPLEY, Met. Trans. 2, (1971), 215.
- (20) J.K. TIEN et S.M. COPLEY, Met. Trans., 2, (1971), 543.
- (21) J.K. TIEN et R.P. GAMBLE, Met. Trans., 3, (1972), 2157.

- (22) T.E. STRANGMAN, G.S. HOPPIN III, C.M. PHIPPS, K. HARRIS, R.E. SCHWER, Proc. 4th Int. Symp. on superalloys, ASM (1980), 215.
- (23) K. HARRIS, G.L. ERICKSON et R.E. SCHWER, TMS-AIME Fall Meeting, St Louis (MO), (1982), 36.
- (24) A. HAZOTTE, Communication privée, 1986.
- (25) C. CARRY et J.L. STRUDEL, Scripta Metall., 9, (1975), 731.
- (26) C. CARRY, Thèse de Docteur-Ingénieur, ENSMP, 1976.
- (27) C. CARRY et J.L. STRUDEL, Acta. Metall., 25, (1977), 767.
- (28) C. CARRY et J.L. STRUDEL, Acta. Metall., 26, (1978), 859.
- (29) F. BOIS, Thèse de Doctorat, ENSMP, 1985.
- (30) K. HARRIS, G.L. ERICKSON et R.E. SCHWER, Proc. 5th. Symp. on Superalloys, TMS-AIME, (1984), 221.
- (31) O.H. KRIEGE et J.M. BARIS, Trans. ASM 62, (1969), 195.
- (32) J.K. TIEN et R.N. JARRET, Proc. Conf. on High Temp. Alloys for Gas Turbines, Liège (B), 1982, 423.
- (33) F.C. HULL, Metal Progress, 96, (1969), 139.
- (34) The Superalloys, Edité par C.T. SIMS et W.D. HAGEL, Wiley, New York, 1972.
- (35) O.H. KRIEGE et J.M. BARIS, Trans. ASM 62, (1969), 195.
- (36) M.V. NATHAL et L.J. EBERT, Met. Trans. 16A, (1985), 1849.
- (37) J.J. JACKSON, M.J. DONACHIE, R.J. HENDRICKS et M. GELL, Met. Trans. 8A, (1977), 1615.
- (38) M.V. NATHAL et L.J. EBERT, Scripta Metall., 17, (1983), 1151.
- (39) P. CARON et T. KHAN, Mat. Sci. and Eng., 61, (1983), 173.
- (40) D.D. PEARSON, F.D. LEMKEY et B.H. KEAR, Proc. 4th Int. Symp. on Superalloys, ASM, (1980), 513.
- (41) D. AYRAULT, Mémoire de DEA, ENSMP, Juin 1984.
- (42) T. KHAN, P. CARON et C. DURET, Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME, (1984), 145.
- (43) J.M. THERET, Communication privée, 1983.
- (44) K. THAN et P. CARON, Présenté à "Casting of superalloys", the Institute of Metals, Londres, Fév. 1985, à publier par Mat. Sci. and Techn., 1986.

- (45) T. KHAN, P. CARON, D. FOURNIER, K. HARRIS, *Matériaux et Techniques*, Oct. Nov 1985, 567.
- (46) R.A. MACKAY et L.J. EBERT, *Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME*, (1984), 135.
- (47) A. FREDHOLM et J.L. STRUDEL, *Recherche non publiée*, 1982.
- (48) M.V. NATHAL et L.J. EBERT, *Met. Trans. 16A*, (1985), 427.
- (49) C. CARRY et J.L. STRUDEL, *Rapport Final, Convention DRME/ARMINES n° 73/558*, (1974).
- (50) R.F. DECKER et J.R. MIHALISIN, *Trans. ASM 62*, (1969), 481.
- (51) A.J. ARDELL, *Philos. Mag.*, 16, (1967), 147.
- (52) J.M. OBLAK et B.H. KEAR, *Trans. ASM 61*, (1968), 519.
- (53) D.A. GROSE et G.S. ANSELL, *Met. Trans.*, 12A, (1981), 1631.
- (54) M.V. NATHAL, R.A. MACKAY et R.G. GARLICK, *Mat. Sci. and Eng.*, 75, (1985), 195.
- (55) P.M. JONES, G.M. RACKHAM et J.W. STEEDS, *Proc. R. Soc.*, A354, (1977), 197.
- (56) A.J. ARDELL et R.B. NICHOLSON, *Acta Metall.*, 14, (1966), 1295.
- (57) H. GLEITER et E. HORNBOKEN, *Z. Metallkd.* 58, (1967), 157.
- (58) E. HORNBOKEN et M. ROTH, *Z. Metallkd.*, 58, (1967), 842.
- (59) A.J. ARDELL, *Acta Metall.*, 16, (1968), 511.
- (60) A.J. ARDELL, *Met. Trans. 1*, (1970), 525.
- (61) D.J. CHELLMAN et A.J. ARDELL, *Acta Metall.*, 22, (1974), 577.
- (62) C.K.L. DAVIES, P. NASH et R.N. STEVENS, *Acta Metall.*, 28, (1980), 179.
- (63) I.M. LIFSHITZ et V.V. SLYOZOV, *J. Phys. Chem. Solids*, 19, (1961), 35.
- (64) C. WAGNER, *Z. ELECTROCHEM.*, 65, (1961), 81.
- (65) A. LASALMONIE et J.L. STRUDEL, *Philos. Mag.* 32, (1975), 937.
- (66) R.A. RICKS, A.J. PORTER et R.C. ECOB, *Acta Metall.*, 31, (1983), 43.
- (67) R. WATANABE et T. KUNO, *Trans. ISIJ*, 16, (1976), 437.
- (68) D. BLAVETTE et A. BOSTEL, *Acta Metall.*, 5, (1984), 811.

- (69) W.B. PEARSON, A Handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys, Pergamon Press, (1958).
- (70) W.B. PEARSON, A handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys, II, Pergamon Press, (1967).
- (71) I.L. MIRKIN et O.D. KANCHEEV, Met. Sci. Heat Treatment, 1, (1967), 10.
- (72) G.N. MANIAR, J.E. BRIDGE Jr, H.M. JAMES et G.B. HEYDT, Met. Trans., 1, (1970), 31.
- (73) G.N. MANIAR et J.E. BRIDGE Jr, Met. Trans., 2, (1971), 95.
- (74) A. FREDHOLM et J.L. STRUDEL, Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME, (1984), 211.
- (75) A. FREDHOLM, D. AYRAULT et J.L. STRUDEL, Présenté au Colloque National Superalliages Monocristallins, Villard de Lans, 26-28 Fév. 1986.
- (76) H. MORROW III, D.L. SPONSELLER et M. SEMCHYSHEN, Met. Trans., 6A, (1975), 477.
- (77) G.A. WEBSTER et C.P. SULLIVAN, J. Inst. Metals, 95, (1967), 138.
- (78) C.P. SULLIVAN, G.A. WEBSTER et B.J. PIEARCEY, J. Inst. Metals, 96, (1968), 274.
- (79) W. DANESI et M. DONACHIE, J. Inst. Metals, 97, (1969), 107.
- (80) F.L. VERSNYDER, R.B. BARROW, B.J. PIEARCEY et L.W. SINK, Trans. Am. Found. Soc., 55, (1969), 10.
- (81) D.D. PEARSON, B.H. KEAR et F.D. LEMKEY, Proc. Int. Conf. on th creep and fracture of engineering materials and structures, Swansea (UK), 1981), 213.
- (82) R.A. MACKAY et L.J. EBERT, Scripta Metall., 17, (1983), 1217.
- (83) R.A. MACKAY et L.J. EBERT, Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME (1984), 135.
- (84) R.A. MACKAY et L.J. EBERT, Met. Trans. 16A, (1985), 1969.
- (85) T. MIYAZAKI, K. NAKAMURA et H. MORI, J. Mat. Sci., 14, (1979), 1827.
- (86) J.D. ESHELBY, Prog. Solid Mech., 2, (1961), 87, édité par I.N. SNEDDON et R. HILL, Amsterdam.
- (87) A. PINEAU, Acta Metall., 24, (1976), 559.
- (88) T. KHAN et P. CARON, Proc. 4th Riso Int. Symp. on Metallurgy and Mat. Science, Roskilde (DK), (1983), 333.

- (89) M.V. NATHAL, Nasa Technical Memorandum 83479, 1984.
- (90) P.E. ARMSTRONG et H.L. BROWN, Trans. TMS-AIME 230, (1964), 962.
- (91) R.G. DAVIES et N.S. STOLOFF, Trans. TMS-AIME 233, (1965), 714.
- (92) P. PAUWELS, Recherche non publiée, Centre des Matériaux de l'ENSMP, 1986.
- (93) G.A. ALERS, J.R. NEIGHBOURS et H. SATO, J. Phys. Chem. Solids, 13, (1960), 40.
- (94) K. ONO et R. STERN, Trans., TMS-AIME 245, (1969), 171.
- (95) F.X. KAISER et C. STASSIS, Phys. Stat. Sol. A64, (1981), 335.
- (96) H. POTTEBOHM, G. NEITE et E. NEMBACH, Mat. Sci. and Eng., 60, (1983), 189.
- (97) E.S. FISCHER, Scripta Metall., 20, (1986), 279.
- (98) M. COSTER et J.L. CHERMANT, Précis d'analyse d'images, Ed. du CNRS, Paris, (1985).
- (99) Statistique appliquée à l'exploitation des mesures, Publ. Collective de la CETAMA, Masson, Paris 1986.
- (100) S.S. EZZ, D.P. POPE et V. PAIDAR, Acta Metall., 30, (1982), 921.
- (101) D.M. SHAH et D.M. DUHL, Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME, (1984), 105.
- (102) D. BLANC, Thèse de Doctorat, ENSMP, 1986.
- (103) B.H. KEAR, G.R. LEVERANT et J.M. OBLAK, Trans. ASM, 62, (1969), 639.
- (104) A. GUIMIER et J.L. STRUDEL, Proc. ICSMA 2, ASM, (1970), 1145.
- (105) D. AYRAULT, A. DEFRESNE, L. REMY, J.L. STRUDEL, Rapport Final, Convention DRET/ARMINES n° 84/035, Etude 1, (1985).
- (106) G.R. LEVERANT, B.H. KEAR et J.M. OBLAK, Met. Trans., 2, (1971), 2305.
- (107) P.C.J. GALLAGHER, Phys. Stat. Solidi 32, (1966), 95.
- (108) B. DECAMPS, M. CONDAT, P. CARON et T. KHAN, Scripta. Metall., 18, (1984), 1171.
- (109) B. DECAMPS et M. CONDAT, Présenté au Colloque National Superalliages Monocristallins, Villard de Lans, 26-28 Fév. 1986.
- (110) C. CARRY, S. DERMARKAR, J.L. STRUDEL et B.C. WONSIEWICZ, Met. Trans., 10A, (1979), 855.

- (111) J.P. DENNISON, P.D. HOLMES et B. WILSHIRE, *Mat. Sci. and Eng.*, 33, (1978), 35.
- (112) H. BURT, J.P. DENNISON et B. WILSHIRE, *Metal Science*, 13, (1979), 295.
- (113) H. BURT, J.P. DENNISON, I.C. ELLIOTT et B. WILSHIRE, *Mat. Sci. and Eng.*, 53, (1982), 245.
- (114) R.A. STEVENS et P.E.J. FLEWITT, *Mat. Sci., and Eng.*, 37, (1979), 237.
- (115) R.A. STEVENS et P.E.J. FLEWITT, *Acta Metall.*, 29, (1981), 867.
- (116) B.F. DYSON et M. MCLEAN, *Acta Metall.*, 31, (1983), 17.
- (117) P.J. HENDERSON et M. MCLEAN, *Acta Metall.*, 31, (1983), 1203.
- (118) M. MCLEAN, *Proc. R. Soc.*, A371, (1980), 279.
- (119) A. ATI, Thèse de Docteur-Ingénieur, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1984.
- (120) R.P. DALAL, C.R. THOMAS et L.E. DARDI, *Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME*, (1984), 185.
- (121) P.A. FLINN, *Trans. AIME* 218, (1960), 145.
- (122) M. MORIGANA, N. NUKAWA, H. ADACHI et H. EZAKI, *Proc. 5th Int. Symp. on Superalloys, TMS-AIME*, (1984), 523.
- (123) K. HARRIS, G.L. ERICKSON et R.E. SCHWER, *ASME 28th Int. Gas Conf. and Exhibit*, 28 mars 1983, Phoenix, Arizona, ASME Paper 83 GT 244.
- (124) A.K. HEAD, P. HUMBLE, L.M. CLAREBROUGH, A.J. MORTON et C.T. FORWOOD, *Computed electron micrographs and defect identification*, (1973), North Holland, Amsterdam.
- (125) Y. MISHIMA, O. OCHIAi et T. SUZUKi, *Acta Metall.*, 33, (1985), 1161.
- (126) A.F. GIAMEI, D.D. PEARSON et D.L. ANTON, dans *H.T. ordered intermetallic alloys*, C.C. KOCH, C.T. Liu et N.S. STOLOFF Eds., MRS, Pittsburgh, USA, (1984), 293.
- (127) W.T. LOOMIS, J.W. FREEMAN et D.L. SPONSELLER, *Met. Trans.*, 3, (1972), 989.

A N N E X E S

A N N E X E I

ELABORATION ET COMPOSITION CHIMIQUE DES ALLIAGES. ESSAIS DE FLUAGE

1) PROVENANCE DES ECHANTILLONS ET COMPOSITION CHIMIQUE

Les alliages NASAIR 100 et CMSX-2 ont été élaborés aux Etats-Unis par la Société Cannon Muskegon et les autres alliages l'ont été par Imphy S.A..

Les alliages 020, 211, 221, AM1, 210-Nb, NASAIR 100 et CMSX-2 ont été réfondus sous vide et solidifiés unidirectionnellement sous forme de barreaux de diamètre 10 mm par la SNECMA à Gennevilliers. L'alliage NASAIR 100 a été utilisé sous cette forme pour les mesures d'écart paramétrique, alors que les autres alliages ont été utilisés sous forme monocristalline.

L'alliage 01+Al a été fourni directement par Imphy S.A. sous forme de cylindres Ø 10 mm.

Les alliages 01 et Mar M 200 avaient été étudiés précédemment au Centre des Matériaux par Carry, Houis et Strudel (17, 18, 25-28, 49). Les échantillons utilisés pour les mesures d'écart paramétrique ont été prélevés dans des têtes d'éprouvettes de fluage.

L'alliage U-700 a été fourni par la SNECMA sous forme corroyée. L'alliage CMSX-2', élaboré par Imphy S.A., a été fourni sous forme de barreaux monocristallins solidifiés dans les installations industrielles de la SNECMA.

Les compositions analysées des matériaux de l'étude sont indiquées au tableau A-I.1, à l'exception de celle du Mar M 200 pour lequel nous n'avons pas trouvé mention d'analyse chimique.

	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta
020	63,29	7,98	9,89	-	5,0	4,85	2,02	-	7,37
211	62,55	8,06	6,86	2,03	3,81	5,05	0,88	1,04	7,82
221	61,5	8,05	6,78	1,98	4,60	4,94	1,85	1	8
AM1	62,63	7,27	7,32	1,96	5,49	5,2	1,19	-	8,54
210-Nb	63,21	7,22	7,37	1,98	5,57	5,13	1,21	1,0	7,5
U-700	55,0	18,7	14,5	4,2	-	4,1	3,12	-	-
NASAIR 100		-	8,9	0,8	10,4	5,7	1,2	-	3,3
CMSX-2		4,6	8	0,6	7,9	5,6	0,9	-	5,8
CMSX-2'		5,2	7,4	0,5	7,3	5,3	0,2	-	7,7
01	79,71	-	5,78	2,02	-	5,13	-	-	7,05
01+Al	78,74	-	5,72	1,96	-	5,82	-	-	6,96

TABLEAU A-I-1 : Teneurs analysées en éléments majeurs des alliages de l'étude.

2) ELABORATION MONOCRISTALLINE

Des barreaux monocristallins de diamètre 10 mm ont été obtenus à partir d'une méthode de type Bridgman. Un germe monocristallin ainsi que l'alliage à refondre étaient placés dans un creuset cylindrique en alumine. Le chauffage était assuré par un générateur haute fréquence excitant un inducteur en cuivre, qui chauffait le barreau à solidifier par l'intermédiaire d'un suscepteur en graphite placé dans une enceinte à atmosphère contrôlée. La taille de la zone fondue était d'environ 3 cm.

Après dégazage sous vide primaire, la solidification était réalisée sous atmosphère réductrice (95% Ar + 5% H₂).

Le pilotage du générateur ainsi que du moteur pas à pas assurant le tirage du creuset était réalisé par un micro-ordinateur de type Apple II.

Avec la géométrie utilisée, un gradient thermique au front de solidification d'environ 100°C/cm était atteint. Associé à une vitesse de tirage de 6 cm/h, un tel gradient conduit à des structures dendritiques dont la distance entre axes primaires est de 250 à 300 µm.

3) ESSAIS DE FLUAGE

Des éprouvettes cylindriques, de diamètre 4,5 mm et de 23 mm de longueur utile et comportant des têtes filetées ont été usinées par tournage puis rectification. Les essais de fluage ont été effectués sur des machines à charge constante de type Adamel TAC ou SETRA. La mesure de déformation était assurée par un capteur LVDT placé entre deux palpeurs fixés chacun à une tête de l'éprouvette : une amplification de 500 à 1000 était couramment utilisée et reproductible.

A N N E X E I I

TECHNIQUES DE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

A-II-1. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

Les observations par microscopie électronique à balayage ont été effectuées sur un appareil Philips 501 avec une tension d'accélération de 30 kV.

Les échantillons avaient préalablement été polis mécaniquement jusqu'au diamant 1 μm et soumis à une attaque chimique à l'eau régale (2 vol. HCl + 1 vol. HNO₃) à 5°C pendant 20 à 40 s. Une telle attaque ne se traduit pas pour tous les alliages par des contrastes comparables lors de l'observation au MEB : dans les alliages O20, CMSX-2', O1 et O1+Al, la phase γ' apparaît claire et en relief, alors que dans les alliages 211, 221, AM1, 210-Nb et CMSX-2, la phase γ' a un aspect sombre et la phase γ un aspect clair : la phase γ' serait donc dissoute préférentiellement.

A-II-2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION

Les mesures de paramètres cristallins par diffraction électronique en faisceau convergent ainsi que les analyses chimiques par dispersion d'énergie de rayons X en mode STEM ont été effectuées sur des microscopes Philips EM430 opérant à des tensions de respectivement 150 et 300 kV.

Les autres observations ont été effectuées avec un microscope Philips EM300 opérant avec une tension d'accélération de 100 kV, l'échantillon étant placé sur une platine basculement/rotation. Les grandissements ainsi que les rotations introduits par les lentilles électromagnétiques, entre l'objet et son image d'une part, et entre l'image et le diagramme de diffraction correspondant avaient été soigneusement étalonnés.

1) PREPARATION DES ECHANTILLONS

Des cylindres d'une diamètre de 3 mm ont été découpés par électroérosion. Associé à la détermination de l'orientation cristalline par rayons X, le montage des échantillons dans un support goniométrique a permis de maîtriser l'orientation cristalline de l'axe des cylindres.

Ces cylindres ont ensuite été découpés par électroérosion pour former des disques d'une épaisseur de 0,5 à 1 mm qui ont été amincis par polissage mécanique au papier SiC (grade 1200) jusqu'à une épaisseur de 0,10 à 0,20 mm.

L'amincissement final a été effectué par polissage électrolytique en utilisant la méthode du double jet, dans une solution à 10% d'acide perchlorique et 45% d'acide acétique dans du butoxyéthanol à 5°C, sous une tension de 36 à 40 V.

2) IDENTIFICATION DES VECTEURS DE BURGERS

Pour identifier les vecteurs de Burgers, nous avons profité du mouvement de rotation de la platine inclinaison/rotation, de façon à ce que l'axe de basculement soit tel qu'un grand nombre de vecteurs de diffraction puissent être excités dans des conditions dites "à deux ondes". Une projection stéréographique de chaque lame a ensuite été établie à l'aide d'une abaque de Wulff. Les directions des vecteurs de Burgers ont alors été identifiées à l'aide du critère d'invisibilité $g \cdot b = 0$.

Les signes des vecteurs de Burgers ont été déterminés à l'aide de l'examen d'images asymétriques obtenues en champ clair dans des conditions telles que $|g \cdot b| = 2$ et que le paramètre de déviation à l'angle de Bragg, s , soit positif.

Le contraste provoqué par une dislocation coin peut alors être interprété à l'aide de la théorie cinématique sans absorption.

Nous avons schématisé sur la figure A-II-1a une dislocation coin dans un cristal illuminé par un faisceau d'électrons selon Oz. L'écart à l'angle de

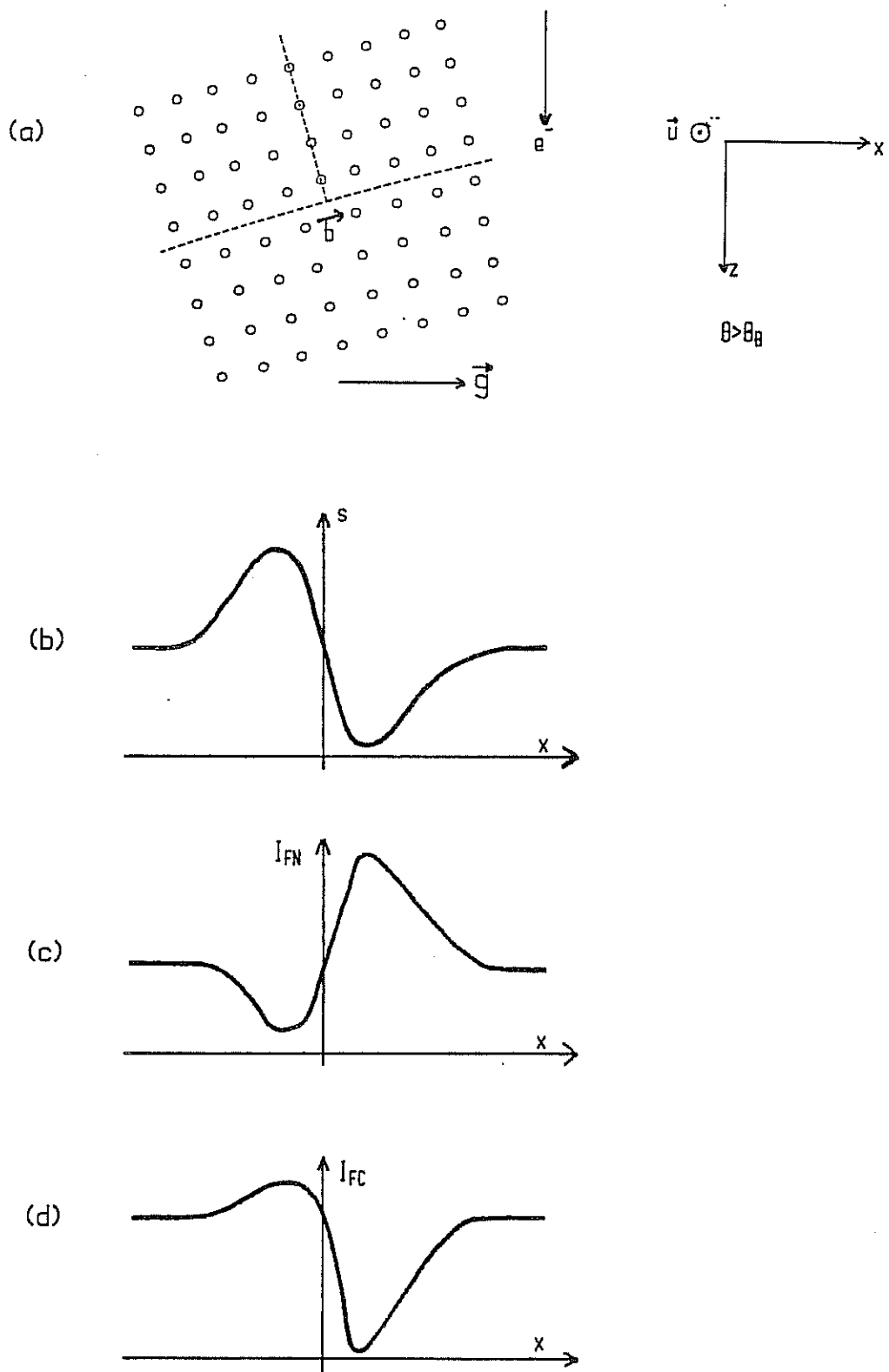


Figure A-II-1 : Schéma illustrant l'aspect du contraste dû à une dislocation coin, d'après la théorie cinématique sans absorption.

- a) Dislocation coin et définition de l'axe X.
- b) Evolution de l'écart à l'angle de Bragg s au voisinage de la dislocation.
- c) Evolution de l'intensité en champ sombre.
- d) Evolution de l'intensité en champ clair.

Bragg correspondant au vecteur de diffraction g excité est positif. L'axe Ox le long duquel nous discuterons des profils est défini de telle sorte que le repère (Ox, u, Oz) soit direct. De plus, le sens de b est défini par la convention FS/RH.

La présence de la dislocation se traduit localement par une rotation des plans réticulaires. Il s'ensuit une variation de l'écart à l'angle de Bragg et donc une variation de s , comme indiqué à la figure A-II-1b. Une diminution de s signifie que l'on se rapproche de l'angle de Bragg, et donc que l'intensité du faisceau d'électrons diffractés augmente (fig. A-II-1c). En théorie cinématique sans absorption, dans le cas de deux faisceaux, toute intensité absente du fond clair se retrouve dans le fond noir; le profil du champ clair a une allure comparable à celle de la figure A-2-1d.

Dans le cas de la figure A-II-1 où le produit $g.b$ est positif, l'image se trouve donc du côté $x > 0$ du droit de la dislocation. Lorsqu'on s'éloigne à partir du point le plus sombre de l'image du côté des x décroissants, l'intensité de l'image en fond clair croît assez abruptement et un pic brillant lui succède. Du côté des x positifs croissants, l'image s'estompe plus progressivement.

L'inversion du sens de b , ou du sens de g , en conservant une valeur positive de s , conduira à des profils obtenus par symétrie miroir de ceux de la figure A-II-1. Par conséquent, si la convention (Ox, u, Oz) direct est adoptée, le signe de x correspondant à la position de l'image sera tel que le produit $(g.b)x > 0$.

L'intérêt de cette interprétation est d'être purement géométrique et de ne pas nécessiter le recours à des calculs de simulation d'images où une erreur de signe est difficile à déceler.

L'aspect réel des images de dislocations en fond clair obtenues dans des conditions de diffraction telles que $|g.b| = 2$ et $s > 0$ pourra être observé plus loin, à la figure A-II-13. L'aspect asymétrique est net, et le côté de la dislocation où se trouve l'image peut être déterminé sans ambiguïté.

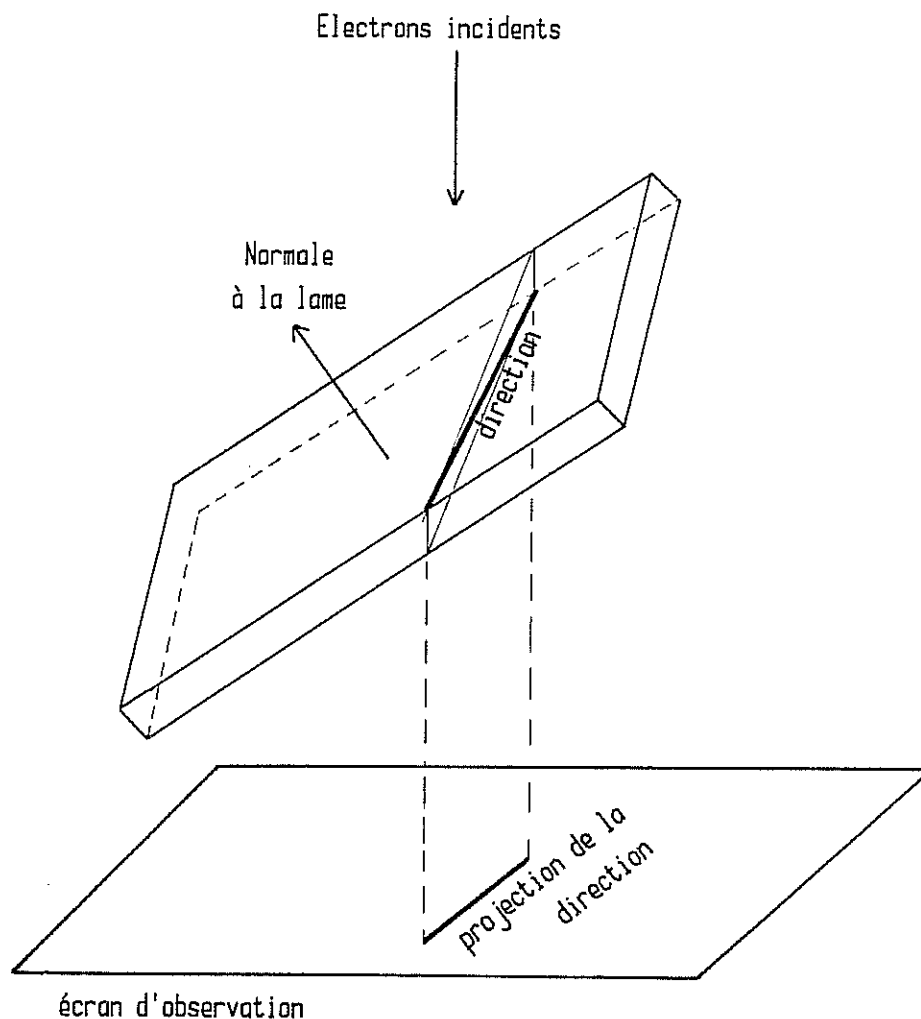


Figure A-II-2 : Illustration de la méthode d'identification de directions utilisée: la direction appartient au plan contenant la projection de cette direction sur l'écran d'observation, ainsi que l'axe des électrons incidents

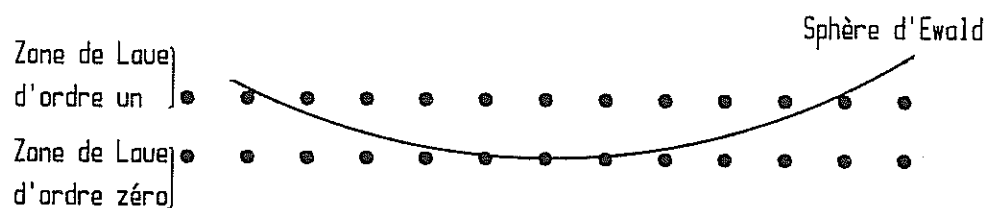


Figure A-II-3 : Schéma indiquant l'intersection de la sphère d'Ewald avec la zone de Laue d'ordre un.

3) IDENTIFICATION DE DIRECTIONS ET DE PLANS

Pour déterminer l'orientation de directions, qu'il s'agisse de directions de lignes de dislocations ou de directions joignant plusieurs dislocations, nous avons utilisé la méthode décrite par Head et coll. (124).

Cette méthode consiste à observer la zone à analyser sous différents angles de basculement. Pour chacun d'eux, la direction recherchée est située dans un plan contenant la projection de cette direction et la direction du faisceau incident (fig. A-II-2).

Si la direction recherchée n'est pas parallèle à l'axe de basculement, on détermine alors autant de plans que d'angles de basculement et la direction recherchée se trouve à l'intersection commune de ces plans.

Il est théoriquement suffisant d'inspecter des micrographies obtenues pour deux angles de basculement distincts, mais nous avons dans la pratique utilisé un plus grand nombre de micrographies, afin d'accroître la fiabilité et la précision des déterminations.

La connaissance de deux directions d'un plan, par exemple une interface $\gamma-\gamma'$, permet par la suite de déterminer l'orientation de ce plan.

4) DIFFRACTION ELECTRONIQUE EN FAISCEAU CONVERGENT

Lorsqu'on oriente un cristal selon un axe de zone de bas indice, la probabilité pour que des noeuds de la zone de Laue d'ordre un se trouvent à proximité de la sphère d'Ewald se trouve augmentée (fig. A-II-3). Si l'ouverture angulaire du faisceau incident est suffisante, la diffraction des électrons incidents par les familles de plans réticulaires associées à ces noeuds est possible.

La figure A-II-4 illustre la géométrie du problème, dans le cadre de la théorie cinématique : soit G un noeud de la ZLOU, A, le centre de la sphère d'Ewald correspondant à l'axe de symétrie du faisceau d'électrons incidents, O* le centre de la ZLOZ. Définissons le point C comme l'intersection des

sphères de centres respectifs G et O* et de rayon $1/\lambda$. Ce point est donc le centre de la sphère de rayon $1/\lambda$ contenant les points O* et G. L'angle (CG, CO*) est donc égal à $2\theta_B$, où θ_B est l'angle de Bragg correspondant à la famille de plans (h,k,l) associée à G. Si l'angle ϕ entre CO* et l'axe de symétrie du faisceau d'électrons est inférieur à l'ouverture de ce faisceau, la diffraction par les plans (hkl) induira dans la tache centrale un déficit d'électrons dans la direction CO*, et au contraire un excès d'électrons dans la direction CG. Dans l'espace, le déficit et l'excès d'intensité seront distribués sur un cône d'axe parallèle à OG et d'angle d'ouverture $2(\frac{\theta_B}{2} - \phi)$. L'intersection de ce cône avec le plan d'observation donnera deux branches d'hyperbole (fig. A-II-5). Vu qu'en MET $1/\lambda$ est très supérieur à OG, les branches d'hyperbole observées dans le diagramme de diffraction pourront être assimilées à des droites.

Pour un noeud G d'indices |h,k,l| de la ZLOU, la position de la ligne de ZLOE sombre dans la tache centrale sera déterminée par deux caractéristiques :

- 1- le fait qu'elle est perpendiculaire à O*G.

- 2- sa distance à l'axe du faisceau incident.

Si L est la longueur de chambre utilisée, cette distance sera égale à $L \tan \phi$.

Or ϕ est donné par la relation

$$\phi = \theta_B - \omega \quad (\text{A-II-1})$$

où θ_B est défini par la relation de Bragg

$$\lambda = \frac{2a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin \theta_B \quad (\text{A-II-2})$$

$$\text{et où } \sin \omega = \frac{hu + kv + lw}{[(u^2 + v^2 + w^2)(h^2 + k^2 + l^2)]^{1/2}}$$

où |u,v,w| sont les indices de l'axe de zone considéré. Notons que dans un réseau CFC les indices |hkl| d'un noeud de la ZLOU satisfont la relation

$$hu + kv + lw = p \quad (A-II-3)$$

où $p = 1$ si $u+v+w$ est impair et $p = 2$ dans le cas contraire.

Pour un axe de zone donné, les taches d'indices $|hkl|$ excitées seront fonction de la longueur d'onde des électrons et du paramètre réticulaire (a), et il en sera de même pour l'angle ϕ correspondant.

Nous avons ainsi conçu un programme informatique qui permet :

- d'identifier tous les noeuds de la ZLOU qui seront excités (condition $|\phi| < \alpha$).
- de tracer les lignes de ZLOE correspondantes pour une longueur de chambre donnée.
- de calculer les coordonnées des points se situant à l'intersection de deux lignes; de calculer la distance entre deux de ces points; de calculer le rapport entre deux de ces distances.

Pour des tensions d'accélération de 100 à 150 kV, les longueurs d'onde associées sont de l'ordre de 3×10^{-2} Å. Les noeuds de la ZLOU excités sont tels que $h^2 + k^2 + l^2 \approx 10$, ce qui correspond à des angles de Bragg de l'ordre de 2° .

La variation de la position angulaire d'une ligne de ZLOE avec le paramètre de maille peut être calculée en dérivant l'équation (A-II-1) :

$$\frac{d\phi}{da} = \frac{d\theta_B}{da}$$

soit, en utilisant la relation (A-II-2), en assimilant $\sin \theta_B$ à θ_B

$$\frac{d\phi}{da} \approx - \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \frac{\lambda}{2a^2} \quad \text{ou} \quad d\phi \approx - \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \frac{\lambda}{2a} \frac{da}{a} \quad (A-II-4)$$

Pour un paramètre réticulaire de 3,6 Å, ceci conduit à

$$d \approx 0,04 \frac{da}{a} \quad (\text{A-II-5})$$

Pour une résolution angulaire de 10^{-4} rad, cette relation indique que la précision sur la valeur relative du paramètre ne saurait excéder 2×10^{-3} environ. La position d'une ligne de ZLOE ne permet donc pas de mesurer finement des variations relatives de a .

Cependant, de faibles variations de la position individuelle de plusieurs lignes, peuvent dans certains cas, conduire à de rapides modifications du motif formé par ces lignes. Un exemple est illustré à la figure A-II-6 où l'on observe qu'une variation de paramètre provoque une diminution de la distance notée A et une augmentation de celle notée B.

Le paramètre défini comme le rapport entre de telles distances ($\frac{B}{A}$) sera donc très sensible aux variations de paramètre réticulaire. De plus, son utilisation permet de faire abstraction de la valeur précise de la longueur de chambre utilisée. Ricks et coll. (66) annoncent ainsi une résolution sur la valeur relative du paramètre d'alliages base nickel de 2×10^{-4} , pour une tension d'accélération de 120 kV et un axe de zone $\langle 111 \rangle$.

Sur le microscope que nous avons utilisé, seules des tensions multiples de 50 kV étaient disponibles. Le programme de simulation nous a permis de constater que pour un paramètre proche de 3,6 Å, des configurations évoluant très rapidement comme celle illustrée à la figure A-II-7 ne sont pas rencontrées quelle que soit la haute tension et quel que soit l'axe de zone. En particulier, pour des tensions de 100, 150 et 200 kV, un axe $\langle 111 \rangle$ ne permet qu'une résolution d'écart paramétrique médiocre.

Il s'est révélé plus intéressant de sélectionner un axe de zone $\langle 114 \rangle$ et une haute tension de 100 kV. L'aspect général des lignes de ZLOE au voisinage de la tache centrale est alors celui indiqué à la figure A-II-7. Comme le montre la figure A-II-8, le motif formé par les lignes $[\bar{9}13]$, $[\bar{1}93]$ $[9\bar{3}1]$ et $[\bar{3}91]$ varie considérablement avec le paramètre cristallin. La variation du rapport B/A que nous avons sélectionné (voir fig. A-II-7), en fonction de la distance interréticulaire est indiquée à la figure A-II-9.

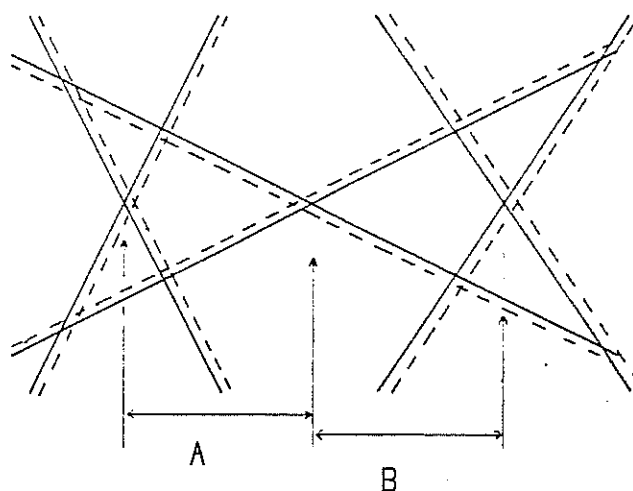


Figure A-II-6 : Exemple de motif formé par des lignes de ZLOE, se modifiant rapidement avec le paramètre réticulaire. —: paramètre 1. - -: paramètre 2.

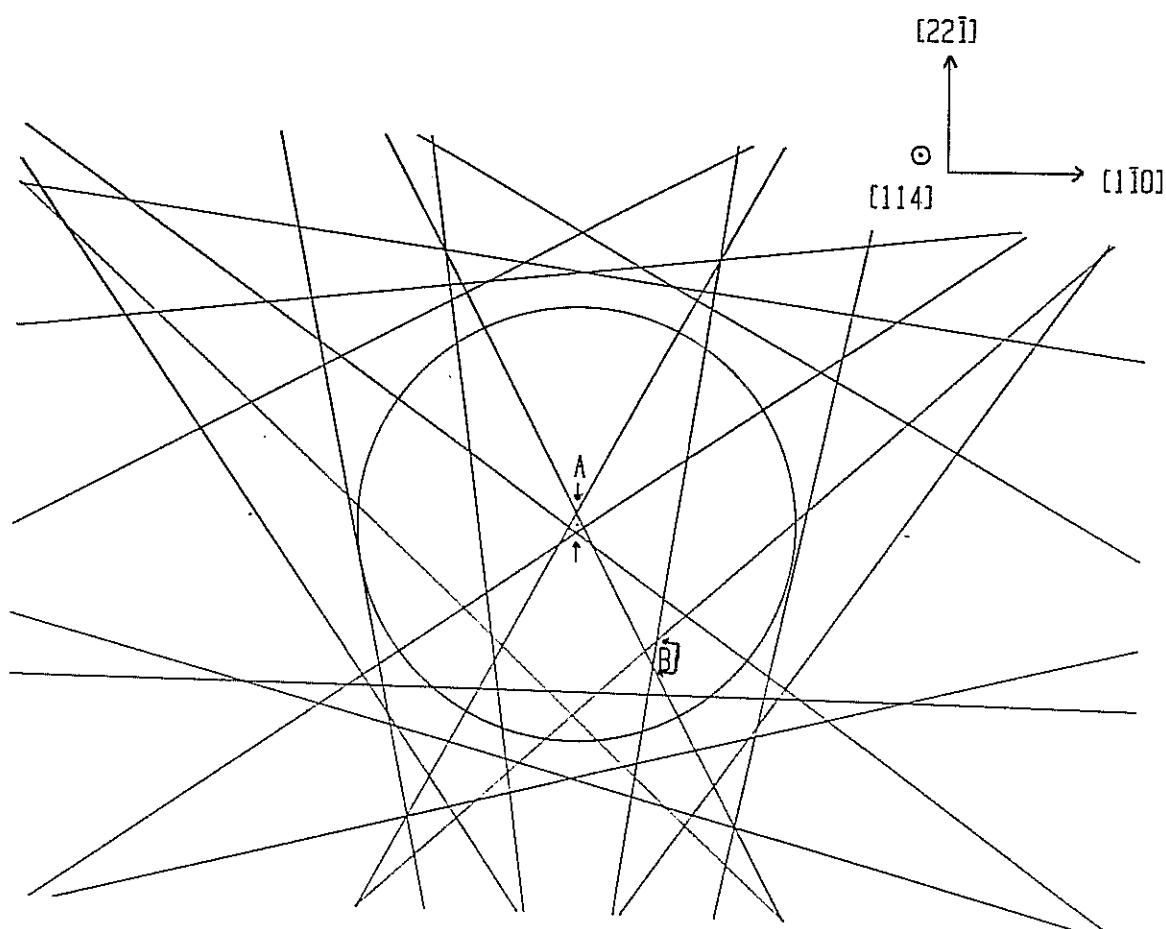


Figure A-II-7 : Position des lignes de zlou situées au voisinage de la tache de diffraction centrale, pour un axe de zone de type $[114]$ et une tension de 100kV. La simulation a été réalisée pour un paramètre de 3,59A. Le cercle correspond à une ouverture angulaire de $2\alpha = 20\text{mrad}$.

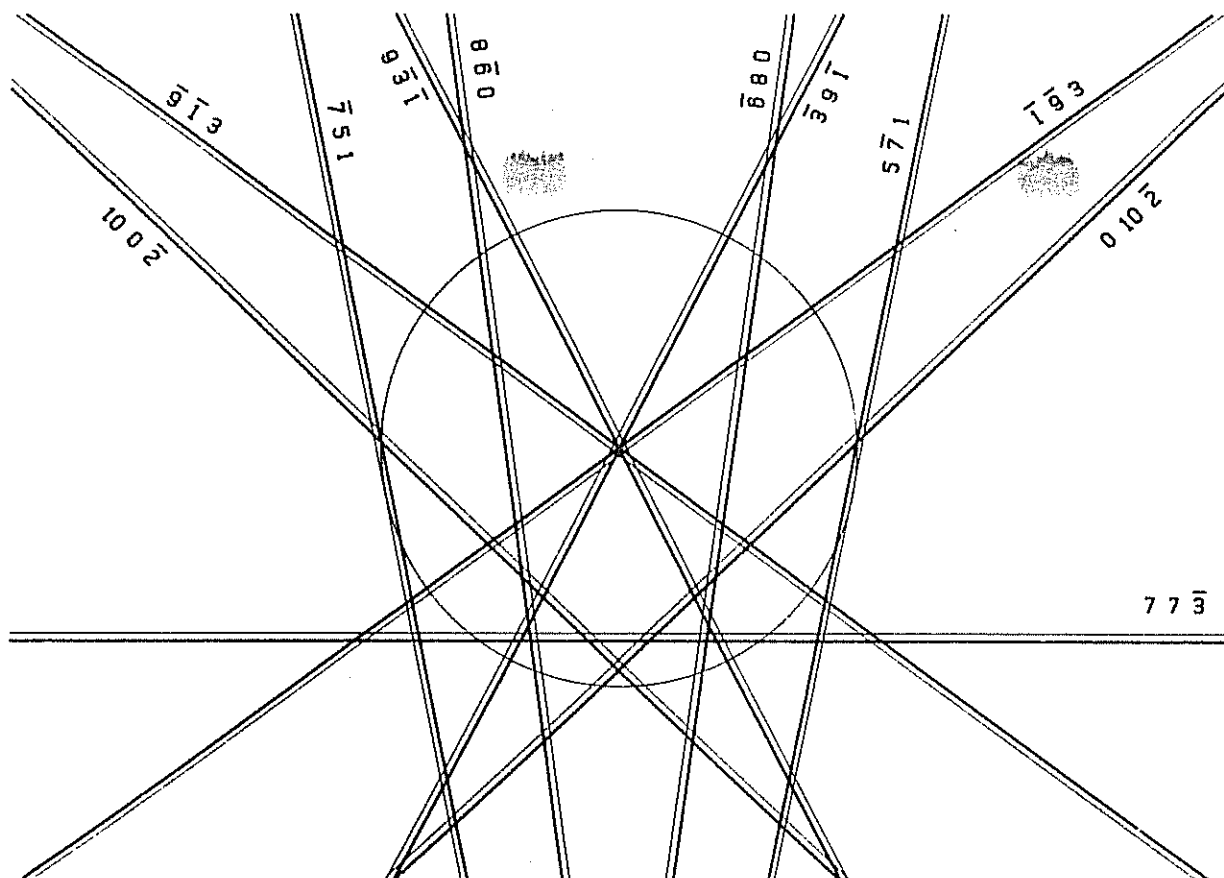


Figure A-II-8 : Position des lignes de ZLOU situées au voisinage de la tache centrale
L'axe de zone est de type $\langle 114 \rangle$ et la haute tension de 100kV.
—— : $a=3.57\text{\AA}$. —— : $a=3.59\text{\AA}$.

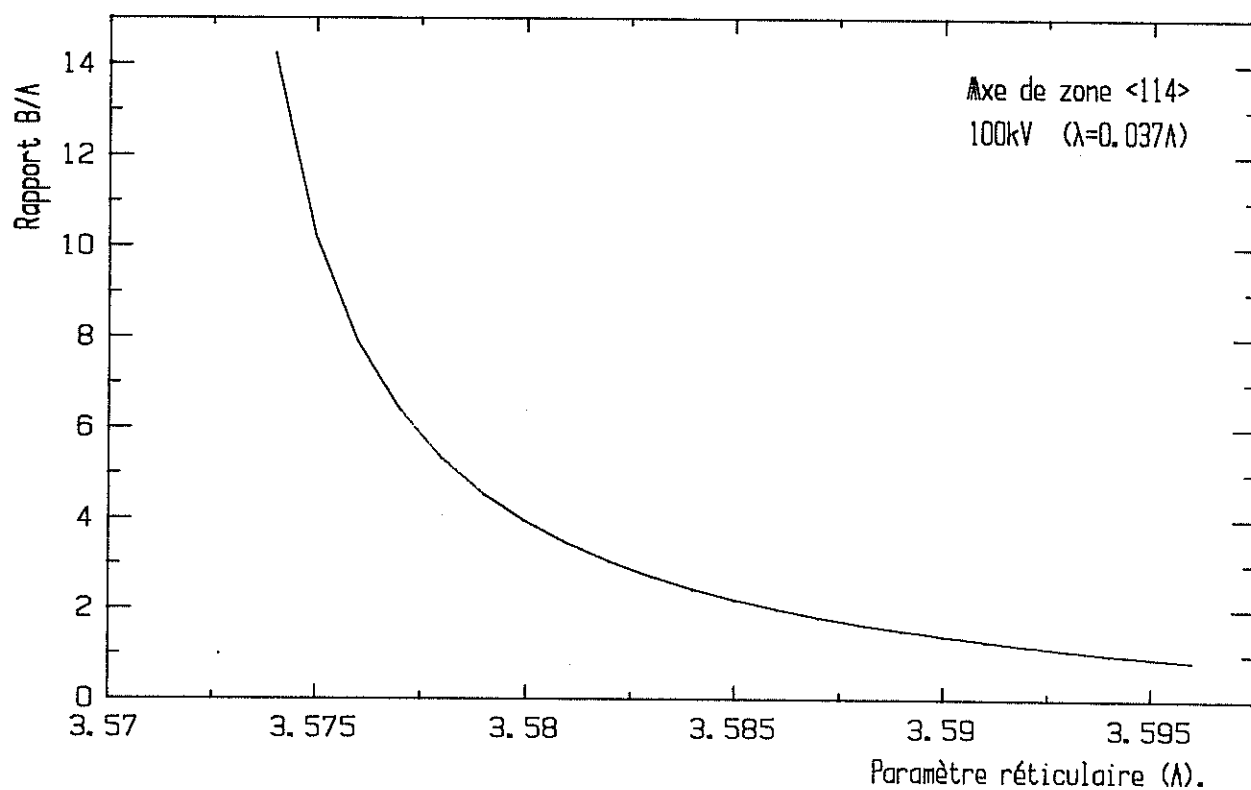
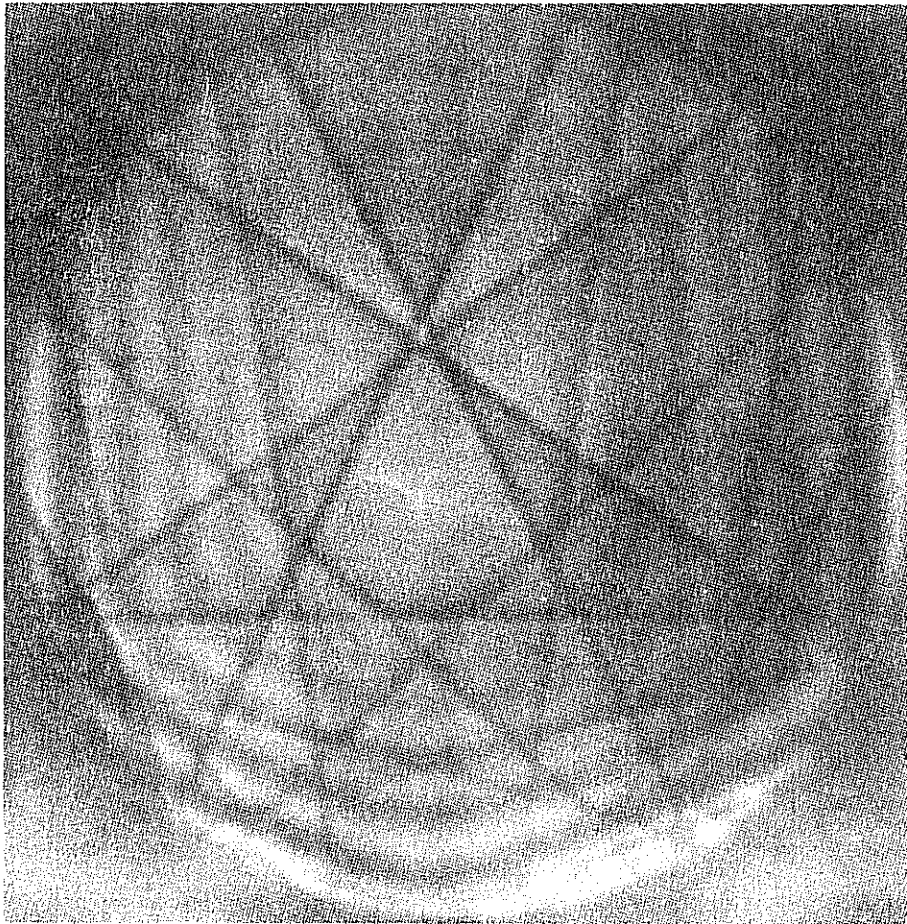
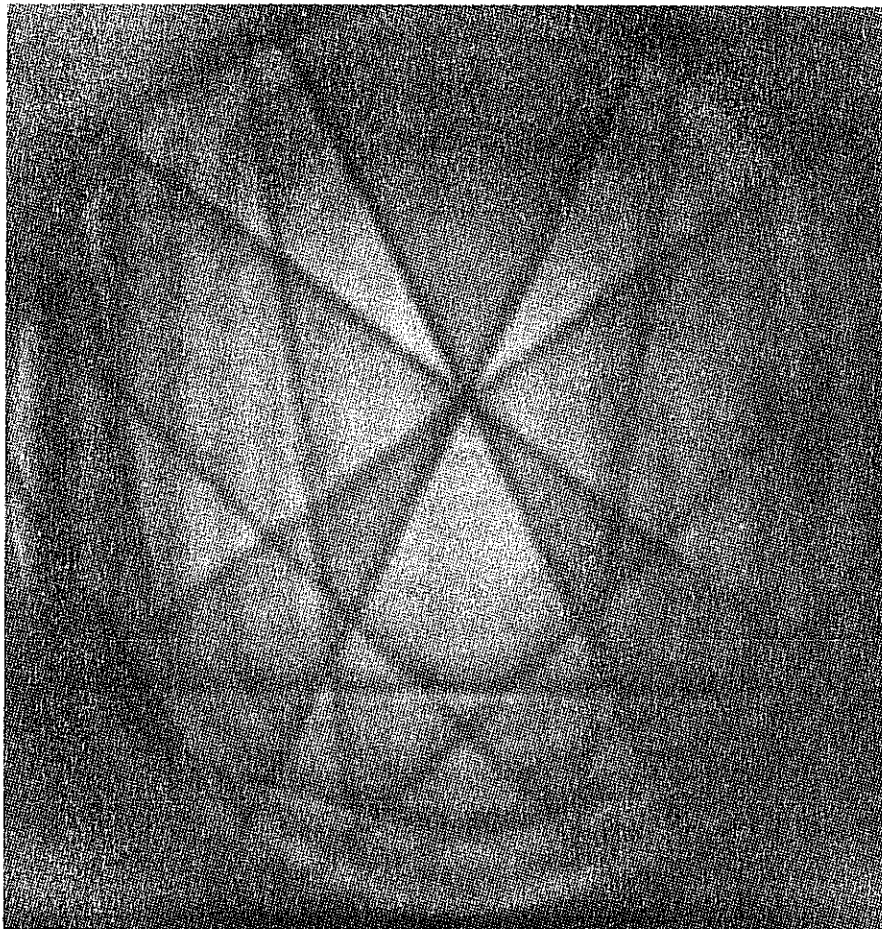


Figure A-II-9 : Variation du rapport B/A en fonction du paramètre réticulaire.
Les distances A et B sont définies à la figure A-II-7.



(a)
Phase γ



(b)
Phase γ'

Figure A-II-10 : Lignes de ZLOU observées dans la tache centrale.

Alliage NASAIR 100. Axe de zone $[114]$. Haute tension 100kV.

a) Phase γ .

b) Phase γ' .

Dans ces conditions, des mesures ont été effectuées sur l'alliage NASAIR 100. L'échantillon analysé avait subi le traitement :

1305°C, 6h t.air + 1050°C, 200h $\xrightarrow{17^\circ\text{C/h}}$ 870°C, 1000h

destiné à obtenir une microstructure grossière contenant une seule famille de tailles de précipités γ' et une fraction de précipités représentative des basses températures. Une taille de sonde électronique de l'ordre de 30 nm a ainsi pu être utilisée. L'angle de convergence du faisceau utilisé était d'environ 20 mrad.

La figure A-II-10 indique l'aspect des diagrammes obtenus pour les phases γ et γ' . Les valeurs suivantes ont pu être mesurées :

	B/A	a (Å)	$\delta = (a_{\gamma'} - a_{\gamma})/a_{\gamma}$
phase γ	1,35	3,5905	-3×10^{-3}
phase γ'	4	3,5800	

5) FRANGES δ

En supposant que si l'on juxtapose de manière cohérente un précipité γ' et une phase γ de paramètres différents, il apparait uniquement une distorsion tétragonale dans la phase γ , Ardell (5) a analysé les discontinuités de conditions de diffraction aux interfaces γ - γ' , et en a déduit la nature sombre ou brillante des franges extrêmes observées à l'intersection de l'interface et d'une des surfaces de la lame. Les prévisions d'Ardell pour un matériau à écart paramétrique positif sont indiquées à la figure A-II-11. Nous avons utilisé cette méthode pour déterminer le signe de l'écart paramétrique à température ambiante dans plusieurs alliages de l'étude. La nature sombre ou brillante des franges extrêmes a été déterminée sur des images en champ clair à $S > 0$, et les intersections des interfaces avec les faces d'entrée et de sortie de la lame ont été déterminées en comparant des images obtenues en champ clair et en champ sombre.

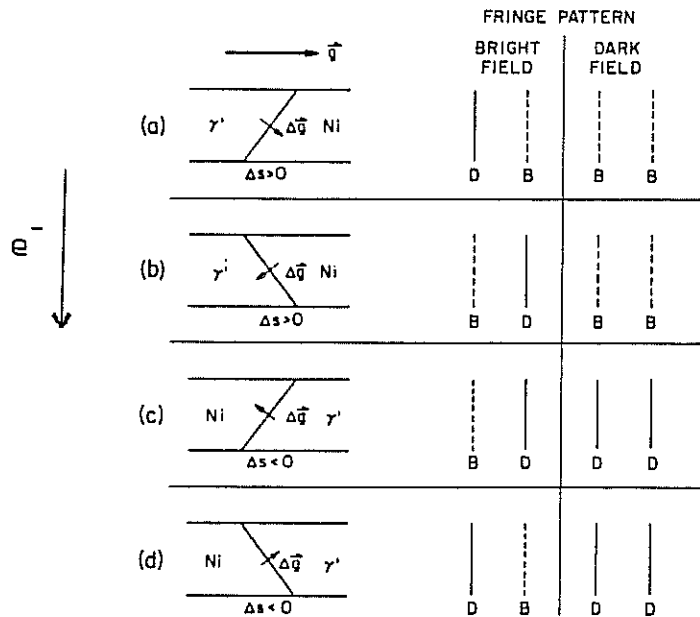


Figure A-II-11 : Schéma indiquant la nature des franges δ extrêmes pour différentes configurations d'interface γ - γ' , d'après Ardell (51).

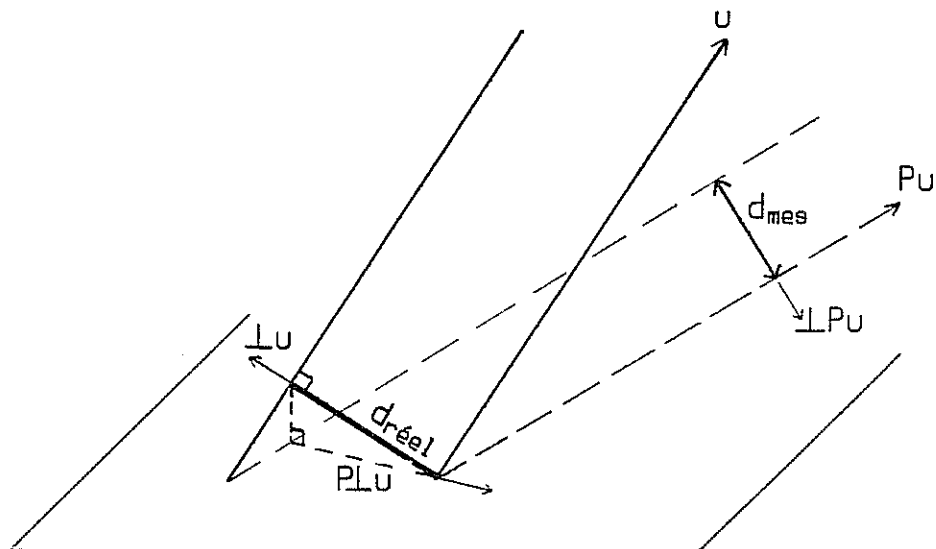


Figure A-II-12 : Illustration de la méthode de détermination de la distance réelle séparant deux dislocations parallèles.

6) DISLOCATIONS D'INTERFACE

a) Traitement de vieillissement et méthode de mesure

Nous avons reporté sur le tableau A-II.1, les traitements de vieillissement retenus ainsi que le nombre de mesures d'écart paramétrique pour chaque alliage.

La figure A-II-12 indique comment il est possible de calculer la distance $d_{\text{réel}}$ séparant deux dislocations parallèles, u , à partir de la distance d_{mes} mesurée sur une micrographie. Si l'on définit :

- $\perp u$ = la perpendiculaire commune à une famille de lignes de dislocations

- Plu = la projection de u sur le plan de la photo parallèlement à l'axe des électrons

- $\perp Pu$ la perpendiculaire de Pu dans le plan de la photo,

$d_{\text{réel}}$ est donné par la relation

$$d_{\text{réel}} = \frac{d_{\text{mes}}}{\cos(\perp Pu, Plu) \times \cos(Plu, \perp u)} \quad (\text{A-II-6})$$

Une estimation de l'écart paramétrique δ est alors possible à l'aide de la formule

$$|\delta| = \frac{b_{\text{virt.}}}{d_{\text{mes}}}$$

où b_{virt} est la composante de b qui contribue effectivement au relâchement des contraintes de cohérence : ici seule la partie coin est à prendre en compte. De plus, seule la composante du demi-plan supplémentaire perpendiculaire à l'interface doit être considérée. Ceci conduit à la relation

$$b_{\text{virt}} = b \cos(N, P) \sin(u, b) \quad (\text{A-II-7})$$

où N désigne la normale à l'interface et P la direction du demi-plan supplémentaire.

	Traitement de remise en solution	Traitement de vieillissement (+ trempe eau)	Nombre de mesures de δ
020	1290°C, 6h	a) 1050°C, 200h b) 1050°C, 500h	voir chap. III)
211	1290°C, 6h	a) 1050°C, 200h b) 1150°C, 24h $\xrightarrow{\approx 15^\circ\text{C/h}}$ 1050°C, 200h	(b) : 5
221	1290°C, 6h	1050°C, 200h	5
AM1	1300°C, 6h	1050°C, 200h	4
210-Nb	1290°C, 6h	1050°C, 200h	3
U-700	1175°C, 6h	1050°C, 200h	1
Mar M 200	1250°C, 2h	1050°C, 200h	4
NASAIR 100	1305°C, 6h	1050°C, 200h	2
CMSX-2	1315°C, 3h	1050°C, 290h	3
CMSX-2'	1315°C, 6h	1120°C, 6h $\xrightarrow{17^\circ\text{C/h}}$ 1050°C, 200h	10
01	1330°C, 2h	1050°C, 95h	1
01+A1	1340°C, 3h	1050°C, 200h	3

TABLEAU A-II-1 : Traitements thermiques subis par les échantillons dont les structures de dislocations d'interface ont été observées.

b) Caractéristiques des réseaux de dislocations d'interface

Nous avons dans la mesure du possible cherché des zones où les interfaces $\gamma-\gamma'$ étaient couvertes de dislocations identiques, parallèles et équidistantes. Lorsque de telles zones ont pu être observées après un traitement de vieillissement isotherme, les dislocations avaient des caractéristiques analogues à celles de la zone notée A sur la figure A-II-13 : elles sont orientées de façon à être en position quasiment coin ($(u,b) > 80^\circ$) et le demi-plan supplémentaire associé est proche de la normale à l'interface. Le facteur correctif intervenant dans l'équation (A-II-7) est ainsi toujours supérieur à 0,8.

Dans le cas de l'alliage 211 pour lequel un vieillissement de 200h à 1050°C ne conduit qu'à une faible densité de dislocations, le traitement thermique biétagé indiqué au tableau A-II-1 a abouti à la mise en place dans certaines interfaces $\gamma-\gamma'$ de familles de dislocations parallèles. A la différence des réseaux décrits plus haut, d'importants écarts par rapport à une orientation purement coin ont été observés. De même, des désorientations appréciables entre le demi-plan supplémentaire (P) et la normale à l'interface (N) ont été notées : des valeurs de (u,b) aussi faibles que 45° et/ou des valeurs de (N,P) atteignant 70° ont été mesurées. Le facteur correctif de l'équation A-II-7 était systématiquement inférieur à 0,75.

Des mesures de δ dans cinq zones différentes ont abouti à des valeurs comprises entre $-1,6$ et $-0,4 \times 10^{-3}$, la moyenne étant de -1×10^{-3} .

Dans le cas de l'alliage CMSX-2', après le traitement biétagé appliqué, nous avons observé que des dislocations étaient présentes dans les interfaces $\gamma-\gamma'$ mais qu'elles y étaient irrégulièrement réparties. L'analyse des configurations observées a permis d'aboutir aux constatations suivantes :

- lors de l'observation d'une première lame, seules des configurations correspondant à $\delta > 0$ ont été observées.
- dans une deuxième lame, les dislocations étaient soit purement vis, ou étaient orientées de sorte que le demi-plan supplémentaire associé à la partie coin soit parallèle à l'interface.

Il nous paraît ainsi raisonnable de penser que le CMSX-2' possède à 1050°C un écart paramétrique positif d'amplitude très faible ($< 10^{-3}$).

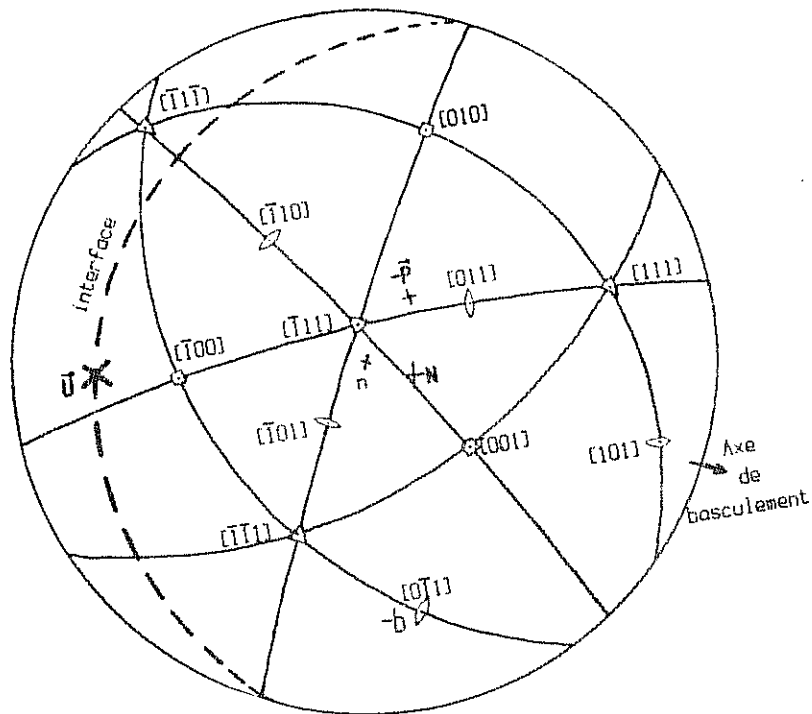
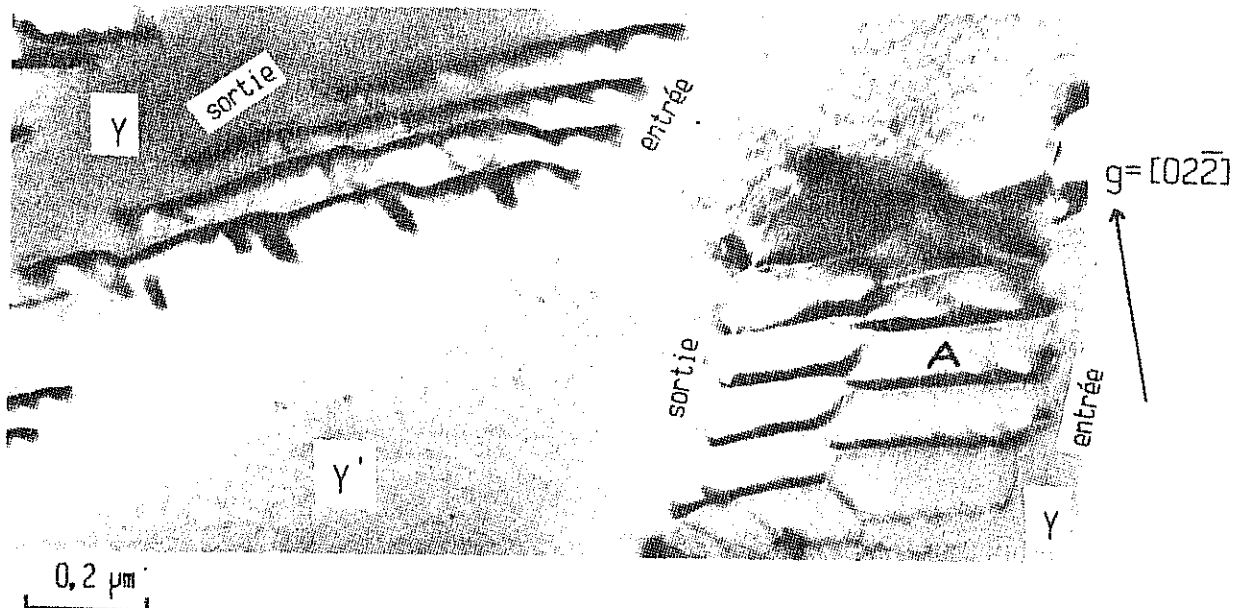


Figure A-II-13 : Aspect réel des images disymétriques obtenues en champ clair dans les conditions $g.b = \pm 2$ et $s > 0$.

(Alliage 221 traité 1290 °C, 6h ta + 1050 °C, 200h te)

Pou les dislocations de la zone notée A:

- u désigne leur direction
- b leur vecteur de Burgers
- P leur demi-plan associé
- N la normale à l'interface.

7) ANALYSE CHIMIQUE DES PHASES γ ET γ' SUR LAMES MINCES PAR DISPERSION D'ENERGIE DES RAYONS X

Généralement la composition des phases γ et γ' d'alliages base nickel est mesurée par analyse chimique des précipités γ' après dissolution électrolytique de la phase γ . La composition de la phase γ peut être obtenue directement, par analyse chimique de l'électrolyte, ou indirectement par différence entre la composition nominale et celle de la phase γ' .

Pour cette étude, nous souhaitons connaître la composition des phases γ et γ' à 1050°C, température où une partie de la phase γ' stable à plus basse température s'est redissoute. Après refroidissement à partir de 1050°C, de fins précipités γ' précipitent dans ce qui était la phase γ à 1050°C.

Dans de telles conditions, il paraît délicat de connaître la nature exacte des précipités recueillis après extraction électrolytique.

A la technique d'extraction électrolytique, nous avons préféré l'analyse chimique sur lames minces. L'examen par MET permet en effet de distinguer nettement les précipités γ' stables à 1050°C. Dans des alliages à forte fraction volumique de phase γ' , il peut paraître difficile de rencontrer des zones suffisamment larges d'une lame mince où toute l'épaisseur de la lame est exempte de précipités γ' stables à 1050°C.

Une telle difficulté peut être contournée si l'on observe des échantillons survieillis à 1050°C : après les traitements indiqués au tableau A-II-1, l'on rencontre dans des alliages à forte fraction volumique de phase γ' comme l'alliage 221, des couloirs de phase γ d'une largeur de l'ordre de 0,25 μm . Ce type de traitement a ainsi été retenu pour les mesures de composition des phases γ et γ' des alliages 221 et 211.

En pratique, les analyses ont été effectuées au Centre de Recherche des Renardières (EDF) avec le microscope Philips EM 430 muni d'un équipement analytique EDAX, opérant en mode STEM. Les compositions indiquées au tableau A-II-2 sont les moyennes de cinq mesures effectuées sur chaque phase de chaque alliage.

ALLIAGE	PHASE	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta
221	γ	54.11 ± 0.09	11.76 ± 0.10	15.53 ± 0.30	4.26 ± 0.30	6.16 ± 1.58	3.17 ± 0.23	0.88 ± 0.02	0.62 ± 0.20	3.05 ± 1.02
	γ'	67.86 ± 0.95	6.03 ± 0.21	2.49 ± 0.44	0.84 ± 0.13	3.80 ± 1.04	5.76 ± 0.43	2.61 ± 0.09	1.06 ± 0.25	9.43 ± 1.30
211	γ	56.03 ± 0.53	11.58 ± 0.18	14.03 ± 0.36	4.11 ± 0.23	5.69 ± 0.55	3.14 ± 0.23	0.59 ± 0.06	0.64 ± 0.19	3.94 ± 0.51
	γ'	67.60 ± 1.23	6.14 ± 0.16	2.34 ± 0.15	0.77 ± 0.13	3.84 ± 0.86	5.40 ± 0.28	1.51 ± 0.05	1.33 ± 0.25	11 ± 1.45

TABLEAU A-II-2 : Analyse chimique des phases γ et γ' en "équilibre" à 1050°C dans les alliages 221 et 211. (Mesures par dispersion d'énergie X en STEM sur lames minces).

A N N E X E I I I

ANALYSE D'IMAGES

A-III-1. DESCRIPTION DE L'ANALYSEUR D'IMAGES UTILISE

L'analyseur utilisé est un NACHET NS 1500 relié à un micro-ordinateur Apple IIe. La trame carrée de 280x192 points de la page graphique est transformée par l'analyseur en une trame hexagonale par le décalage d'un demi pixel vers la droite d'une ligne sur deux. l'acquisition d'image se fait par l'intermédiaire d'une caméra vidéo et d'un seuillage en niveau de gris.

Nous avons choisi de rendre indépendantes les opérations d'acquisition et de traitement en stockant les images digitalisées sur disquettes.

La configuration de l'analyseur est telle que des mesures morphologiques telles que fraction surfacique et périmètre spécifique sont accessibles à l'aide d'instructions très simples. Seules les mesures de traversées moyennes et des histogrammes correspondants ainsi que les déterminations de roses de direction ont nécessité un travail de programmation plus important.

A-III-2. MESURES DE FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE γ'

Nous avons vu au chapitre II (II-B-3) que dans les alliages à fraction volumique élevée, les traitements de premier revenu du type 1150°C, 1h ou 1050°C, 16h établissent une population de précipités cuboïdaux de 0,3 à 0,5 μm d'arête, alignés selon les axes du cube. Si l'on prépare une lame mince d'orientation $\langle 001 \rangle$, son observation en MET à 100 kV, conditions dans lesquelles les épaisseurs observables atteignent 0,3 à 0,4 μm , permet de micrographier des zones où un seul précipité γ' intersecte l'épaisseur de la lame. Si l'on modélise la microstructure comme consistant de précipités γ' cubiques de taille unique et équidistants, alignés selon les axes $\langle 100 \rangle$, comme le schématise la figure A-III-1, la mesure de la fraction volumique f_s de

ALLIAGE	TRAITEMENT THERMIQUE	f_s (%)	$f_v^{\gamma'}$ (%)
221	1290°C, 16h t.a. + 1050°C, 16h t.e.	77,5 ± 3,5	68,2 ± 4,6
	1290°C, 16h t.a. + 1150°C, 1h t.e.	66,9 ± 3,5	54,8 ± 4,3
211	1290°C, 16h t.a. + 1050°C, 16h t.e.	73,7 ± 1,81	63,0 ± 2,3
MAR M 200 (Solidification front plan)	1250°C, 2h t.a. + 1050°C, 16h t.e.	62,2 ± 3,4	49,2 ± 4,5
CMSX-2	1315°C, 10h t.a. + 1050°C, 16h t.e.	72,9 ± 2,9	62,3 ± 3,7

TABLEAU A-III-1 : Traitements thermiques subis par les échantillons à l'aide desquels la fraction surfacique de phase γ' a été mesurée, et mesures correspondantes.

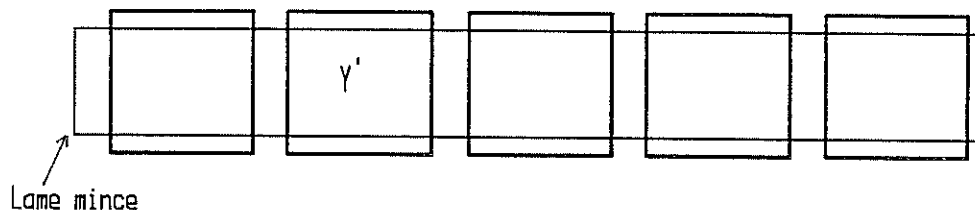


Figure A-III-1 : Modélisation des précipités γ' permettant l'estimation de $f_v^{\gamma'}$ à partir de la mesure de fraction surfacique $f_s^{\gamma'}$.

précipités observés sur une micrographie permet une estimation de la fraction volumique $f_v^{\gamma'}$, à l'aide de la relation $f_v^{\gamma'} = f_s^{2/3}$.

Les traitements thermiques retenus pour la mesure de $f_v^{\gamma'}$ à 1050°C et/ou 1150°C dans les alliages 211, 221, Mar M 200 et CMSX-2 sont indiqués au tableau A-III-1. Les échantillons ont été orientés perpendiculairement à un axe <001> avant d'être découpés par électroérosion.

Les lames minces correspondantes ont été observées en fond noir avec une tache de surstructure <300>. Vu la difficulté d'obtenir des contrastes uniformes en MET, nous avons préparé des calques à partir des micrographies MET. L'analyse a porté pour chaque mesure sur 10 calques de dimensions $1,7 \times 12 \mu\text{m}^2$, soit une surface totale d'analyse d'environ $20 \mu\text{m}^2$. Les fractions mesurées sont indiquées au tableau A-III-1.

A-III-3. MESURES MORPHOLOGIQUES RELATIVES AUX STRUCTURES COALESCEES

1) MESURES PAR ANALYSE D'IMAGE AUTOMATIQUE

Les clichés micrographiques obtenus par MEB se sont révélés avoir un contraste suffisant pour pouvoir être repris directement par la caméra vidéo, sans que des opérations de calquage soient nécessaires. Les surfaces totales analysées sont indiquées au tableau A-III-2.

2) MESURES MANUELLES

Le nombre de connexité de la phase γ' par unité de surface, $N_A(\gamma')$ a été mesuré manuellement. Il peut en effet être obtenu par un comptage du nombre d'extrémités et du nombre de points triples d'un squelette simplifié de cette phase. $N_A(\gamma')$ est alors calculé par la formule

$$N_A(\gamma') = \frac{1}{2S} (\text{nbre d'extrémités} - \text{nbre de points triples})$$

Les surfaces analysées correspondant à chaque échantillon sont également indiquées au tableau A-III-2.

ALLIAGE	Contrainte (MPa)	Temps de fluage (h)	Surface analysée (μm^2)	
			Analyse automatique	Analyse manuelle
221	140	20	200	1200
		100	1500	5300
		250	2300	8300
		330	1600	4000
	180	20	400	2450
		50	750	2600
		84	2500	6200
211	140	20	430	1000
		50	500	2000
		131	870	4000

TABEAU A-III-2 : Surfaces d'échantillons analysés.

ANNEXE IV

CALCUL DE COMPOSITION DE PHASES, DE FRACTION VOLUMIQUE DE PHASE γ' ET D'ECART PARAMETRIQUE

A.IV-I. PRINCIPE DES ESTIMATIONS

1) Estimation de composition de phase et de $f_v^{\gamma'}$:

le modèle de calcul de composition de phase et de fraction volumique de phase γ' que nous avons utilisé est inspiré des travaux de Watanabe et Kuno (67) et repose sur les hypothèses suivantes :

a) les coefficients de partition des éléments d'alliage entre γ et γ' ne varient pas avec la composition de l'alliage, ce qui se traduit par

$$C_i^{\gamma'} / C_i^{\gamma} = K_i \quad (\text{A-IV-1})$$

où $C_i^{\gamma'}$ est la concentration atomique de l'élément i dans γ'

C_i^{γ} " " " " " " " " γ

K_i est le coefficient de partition de l'élément i .

La composition des phases γ et γ' se calcule par les équations :

$$C_i^{\gamma} = \frac{C_i}{K_i f + 1 - f} \quad (\text{A-IV-2})$$

$$\text{et} \quad C_i^{\gamma'} = K_i C_i^{\gamma} \quad (\text{A-IV-3})$$

où f est la fraction volumique de γ' qui reste à déterminer

C_i est la teneur atomique nominale de l'élément i .

b) La nature stochiométrique de la phase γ' de type Ni_3Al impose la teneur en éléments occupant des sites d'aluminium ce qui se traduira d'après (A-IV-2) et (A-IV-3) par une condition du type :

$$\sum \frac{K_i C_i}{K_i f + 1-f} = cste \quad (A-IV-4)$$

et permettra de déterminer la fraction volumique de phase γ' . Les travaux de Blavette et Bostel (68) ont permis de montrer à l'aide de la microscopie ionique et de la sonde atomique que pour l'alliage CMSX-2, à 870°C, les éléments Mo, W, Al, Ti, Ta occupent presque exclusivement des sites de type Al, ainsi que Nb dans les alliages en contenant alors que Cr et Co occupent plutôt des sites de type nickel. Nous retiendrons donc ces six éléments pour l'équation (A-IV-4).

2) Estimation des paramètres cristallins, de l'écart paramétrique et de leurs variations

Nous avons considéré que le paramètre de maille d'une des phases γ et γ' pouvait être représenté par une loi de Vegard, i.e :

$$a = a_0 + \sum_i \alpha_i C_i \quad (A-IV-5)$$

où α_i et C_i sont respectivement le coefficient de Vegard et la teneur atomique dans la phase considérée de l'élément i .

Le tableau A-IV-1 contient les coefficients que nous avons trouvé dans la littérature. Nous avons trouvé dans Pearson (69, 70), dans Mishima et coll. (125) et dans Giamei et coll. (126) des coefficients pour la température ambiante alors que seuls ces derniers auteurs avancent des coefficients relatifs à 1000°C.

A température ambiante, les coefficients avancés dans ces différents travaux diffèrent notablement, pour des raisons que nous n'expliquons pas.

			Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta
20°C	Pearson (69, 70)	γ	0,24	1,30	4,21	4,21	1,83	3,60	S.O.	S.O.
		γ'	≈ 0	≈ 0	2,48	2,48		1,56	3,72	3,72
	Mishima et coll. (125)	γ	0,18	1,18	4,6	4,6	1,92	4,19	7	7
		γ'	0	-0,57	2,14	2,14		2,56	4,64	4,98
	Giamei et coll. (126)	γ	NC	1,35	3,94	4,14	NC	NC	-	-
		γ'	NC	-1,63	1,05	1,05		1,45	NC	3,22
1000°C	Giamei et coll. (126)	γ	NC	1,55	3,88	3,98	NC	NC	NC	NC
		γ'	NC	NC	-0,56	0		NC	2,4	2,67

TABLEAU A-IV-1 : Coefficients de Vegard (10^{-3} A %at $^{-1}$)
relatifs aux différents éléments d'alliage
S.O. = sans objet
NC = non communiqué.

		Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta
Coefficient de ($C_{\gamma'}/C_{\gamma}$) partition		0,345	0,133	0,314 1*	0,833	4,07	10,3		
Composition de γ' dans le CMSX-2 (% poids)	mesure (39)	3,15	2,05	0,3	7,25	7,55	1,3	0	9,15
	Calcul	3,12	2,59	0,29	7,49	7,25	1,41	0	8,83

TABLEAU IV-2. Coefficients de partition utilisés pour les calculs
de composition de phases et de la fraction volumique de phase γ' à
basse température. Comparaison dans le cas du CMSX-2 entre la compo-
sition de γ' ainsi calculée et celle mesurée par Caron et Khan (39)
* alliages sans Ti (01 et 01 + Al)

Nous retiendrons, comme Watanabe et Kuno (67) les coefficients de Pearson car ils permettent de retrouver plus précisément le paramètre de la phase γ' du CMSX-2 mesuré par Caron et Khan (39) (calcul : 3,587 A; mesure : 3,585 A) que ceux de Mishima et coll. (3,590 A) et parce que les déterminations de Giamei et al. sont incomplètes pour les éléments qui nous intéressent.

Pour cette même raison nous écarterons les coefficients de ces auteurs relatifs à 1000°C pour les calculs de paramètre à 1050°C au profit de ceux de Pearson, plus complets mais relatifs à la température ambiante. Seuls manquent les coefficients de Nb et Ta dans la phase γ car, comme les mesures de composition présentées en annexe II le montrent, ces éléments ne sont plus insolubles dans cette phase à 1050°C. Nous leur avons attribué le même coefficient qu'à Mo et W.

Les paramètres des phases γ et γ' s'écriront ainsi :

$$a_{\gamma} = a_{\gamma}^Y + 1,30 C_{Cr}^Y + 4,21 (C_{Mo}^Y + C_W^Y + C_{Nb}^Y + C_{Ta}^Y) + 1,83 C_{Al}^Y + 3,60 C_{Ti}^Y \quad (A-IV-6)$$

$$a_{\gamma'} = a_{\gamma'}^{Y'} + 2,48 (C_{Mo}^{Y'} + C_W^{Y'}) + 1,56 C_{Ti}^{Y'} + 3,72 (C_{Nb}^{Y'} + C_{Ta}^{Y'}) \quad (A-IV-7)$$

les concentrations étant exprimées en % at., à température ambiante, les paramètres en A; à 20°C, $a_{\gamma}^Y = 3,524$ A et $a_{\gamma'}^{Y'} = 3,567$ A (69, 70).

Les relations permettent de calculer l'écart paramétrique à 20°C ainsi que ses variations à 20°C et à 1050°C en fonction de la composition.

A-IV-II. CALCULS DE COMPOSITION ET DE REPARTITION RELATIFS A LA TEMPERATURE AMBIANTE :

Les coefficients de partition (équation (A-IV-1)) que nous avons retenus sont ceux suggérés par Watanabe et Kuno (67) qui sont les résultats des moyennes de ceux obtenus sur quinze alliages par Kriege et Baris (31).

Une exception concerne le coefficient attribué à Mo dans les alliages sans titane, le 01 et le 01+Al où le molybdène se répartit uniformément entre γ et γ' (127), cas dans lequel nous avons utilisé un coefficient unité.

Les coefficients indiqués au tableau A-IV-2 où sont également comparées les compositions de la phase γ' du CMSX-2 suivant que l'on se réfère aux mesures effectuées par Caron et Khan (39) ou au calcul de cette étude en utilisant pour $f_v^{\gamma'}$ la valeur de 68% également mesurée par ces auteurs.

La composition calculée est très proche de celle déterminée expérimentalement, les différences de concentration n'atteignant 0,5% que pour le chrome.

Pour les alliages 010, 211, 221, AM1, 210-Nb, CMSX-2', 01 et 01+Al pour lesquels nous ne disposons pas de mesure de $f_v^{\gamma'}$ à basse température, celle-ci a été calculée afin d'obtenir une valeur de la somme

$$(W_o + W + Al + Ti + Nb + Ta)_{\gamma'}, \text{ %at. d'environ } 23,5\%$$

valeur qui prend cette somme dans le CMSX-2.

Pour cet alliage des calculs de composition de phase avec des valeurs de $f_v^{\gamma'}$ allant de 64 à 72% montrent que le paramètre retenu γ varie d'environ 0,2% pour 1% de phase γ' .

Le tableau A-IV-3 contient les résultats des calculs de composition de phase, et lorsque nécessaire de fraction volumique de phase γ' .

	f_v	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Mo+W+Al+ Ti+Nb+Ta
020	65 ^x		13,93 4,81	26,12 3,47	-	1,79 1,50	3,66 14,86	0,35 3,61	-	- 3,52	23,49
211	68 ^x	57,22 68,67	14,79 5,10	19,98 2,66	2,36 0,74	1,85 1,54	3,64 14,79	0,16 1,60	- 0,96	- 3,94	23,57
221	75 ^x	52,61 67,83	16,1 5,56	23,15 3,08	2,60 0,81	1,87 1,56	3,39 13,79	0,28 2,93	- 0,87	- 3,57	25,53
AM1(210)	71 ^x	56,61 69,31	12,34 4,26	22,63 3,01	2,46 0,77	2,04 1,70	3,72 15,14	0,20 2,05	- -	- 3,76	23,42
210-Nb	71 ^x	56,68 69,19	12,34 4,26	22,63 3,01	2,46 0,77	2,04 1,70	3,65 14,82	0,20 2,05	- 0,92	- 3,28	23,54
U-700	38 (36)	49,97 64,59	18,77 6,48	23,12 3,07	3,37 1,06	- -	3,90 15,85	0,87 8,95	- -	- -	25,86
Mar M 200	56 (31)	55,10 66,33	15,95 5,50	20,02 2,66	- -	4,47 3,72	4,06 16,52	0,40 4,13	- 1,14	- -	25,51
NASAIR 100	68 (36)	65,58 72,65	- -	25,10 3,34	1,16 0,36	3,84 3,20	4,12 16,75	0,20 2,10	- -	- 1,60	24,01
CMSX-2	68 (39)	60,76 70,44	9,20 3,17	22,4 2,98	0,58 0,18	2,93 2,44	3,96 16,1	0,17 1,76	- -	- 2,93	23,41
CMSX-2'	62 ^x		9,01 3,11	18,66 2,48	0,56 0,17	2,68 2,23	4,11 19,69	0,04 0,38	- -	- 4,16	23,63
01	45 ^x	82,76 74,61	-	10,97 1,46	1,21	-	4,52 18,38	-	-	- 5	24,59
01+Al	55 ^x	80,70 74,36	-	12,62 1,68	1,20	-	4,75 19,31	-	-	- 4,04	24,21

TABLEAU A-IV.3. Estimation de composition des phases γ et γ' et de $f_v^{\gamma'}$ à basse température (% at)

x prévision

C_γ
$C_{\gamma'}$

A-IV-III. COMPOSITION DES PHASES ET FRACTION DE PHASE γ' A 1050°C

Des mesures de composition de phases γ et γ' à l'équilibre à 1050°C dans les alliages 211 et 221, présentées en annexe II ont permis de montrer que les coefficients de partition des éléments d'alliage ne semblent pas varier notablement entre ces deux alliages. Les moyennes des coefficients des deux matériaux sont indiquées au tableau A-IV-4 où elles sont comparées aux coefficients correspondant aux basses températures

	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta
équilibre basse température	0,345	0,133	0,314 1*	0,833	4,07	10,3	∞	∞
équilibre à 1050°C	0,52	0,16	0,20 1*	0,65	1,79	2,78	1,87	2,94

TABLEAU A-IV-4 : Coefficients de partition ($C^{\gamma'}/C^{\gamma}$) relatifs aux basses températures et à 1050°C
* : alliages sans titane

L'élévation de température se traduit par une augmentation de la solubilité des éléments γ' -gènes Al, Ti, Nb et Ta dans la phase γ .

Dans le cas des alliages pour lesquels nous ne disposions pas de mesure de $f_v^{\gamma'}$ à 1050°C nous avons utilisé comme pour la température ambiante le paramètre $\Sigma^{\gamma'}$ (Mo+W+Al+Ti+Nb+Ta) at%. Une valeur d'environ 21%, moyenne des valeurs mesurées pour les alliages 211 et 221 a été retenue exception faite des alliages 01 et 01+Al. Une telle valeur ne permettait pas d'assurer la stoechiométrie de la phase γ' dans ces matériaux sans CO et comportant peu de chrome.

Le tableau A-IV-5 regroupe les calculs de composition de phases et de fraction volumique de phase γ' à 1050°C.

	F _v	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Mo+W+ Al+Ti+ Nb+Ta	+Cr +Co
020	60 ^x		11,24 5,84	22,98 3,68	-	2,03 1,32	7,42 13,29	1,19 3,32	-	1,06 3,11	21,04	30,56
211 analyse EDF	63 ⁺		11,86 6,36	16,29 2,75	2,59 0,49	1,57 1,27	7,03 12,22	0,74 1,93	0,42 0,87	1,32 3,72	20,50	29,61
221 analyse EDF	68 ⁺		11,98 6,13	17,94 2,87	2,67 0,52	2,01 1,24	7,06 12,79	1,1 3,27	0,40 0,68	1,01 3,13	21,63	30,63
AM1(210)	65 ^x		9,59 4,99	19,16 3,07	2,63 0,53	2,33 1,51	7,82 13,99	0,70 1,95	-	1,18 3,47	21,45	29,51
210Nb	65 ^x		9,59 4,99	19,16 3,07	2,63 0,53	2,33 1,51	7,65 13,70	0,70 1,95	0,42 0,78	1,03 3,03	21,50	29,56
U-700	25 ⁺ (36)		16,02 8,33	19,62 3,14	3,11 0,62	-	7,05 12,62	2,73 7,58	-	-	20,82	32,29
Mar M 200	49 ⁺		13,21 8,87	17,51 2,80	-	4,89 3,18	7,96 14,25	1,33 3,70	0,45 0,84	-	21,97	31,64
NASAIR 100	54 ⁺ (36)		-	18,85 3,02	1,09 2,73	4,19 2,73	8,91 15,95	0,76 2,11	-	0,53 1,57	22,58	25,60
CMSX-2	62,5 ⁺		7,27 3,79	19,37 3,10	0,62 0,12	3,33 2,16	8,17 14,63	0,59 1,64	-	0,90 2,64	21,19	28,08
CMSX-2'	55 ^x		7,27 3,78	16,04 2,57	0,57 0,11	2,97 1,93	8,30 14,86	0,13 0,35	-	1,25 3,67	20,92	27,27
01	20 ^x		-	8,05 1,29	1,21	-	9,29 16,63	-	-	1,62 4,77	22,61	23,90
01+Al	38 ^x		-	9,84 1,57	1,20	-	9,81 17,57	-	-	1,28 3,76	22,53	24,10

TABLEAU A-IV-5. Estimations de composition des phases γ et γ' à 1050°C (% at.)

+ fraction mesurée
x fraction estimée

C _{γ}
C _{γ'}

Afin de connaître l'effet de chacun des éléments d'alliage sur l'écart paramétrique nous avons effectué des calculs sur des nuances de l'AM1 à teneur modifiée en un élément. Les résultats sont présentés au tableau A-IV-6, et peuvent en première approximation se traduire par la relation :

$$\Delta\delta = -10^{-3} (4,6 \Delta A1 + 1,7 \Delta Mo + 2 \Delta Ti + 0,9 (\Delta Cr + \Delta W) + 0,5 (\Delta Nb + \Delta Ta)) \quad (A-IV-8)$$

où les teneurs sont exprimées en pourcentage en poids.

De même, il est possible d'estimer la contribution de chaque élément à la variation de fraction volumique de phase γ' par la relation :

$$\Delta f_v^{\gamma'} (\%) = 14 \Delta A1 + 12,5 \Delta Ti + 4 (\Delta Nb + \Delta Ta) + 2 (\Delta Mo + \Delta W) \quad (A-IV-9)$$

	F_v calculée	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	%at Mo+W +Al+Ti +Nb+Ta	Ecart de paramètre par rapport à AM1 $10^3 A$	$\times 10^3$
AM1	65	9,59 4,99	19,16 3,07	2,63 0,53	2,33 1,51	7,82 13,99	0,70 1,95	1,18 3,47	21,45	0 0	0
AM1-65Cr	65	id.	16,61 2,66	id.	id.	id.	id.	id.	id.	-3,3 0	+0,9
AM1-85Cr	65	id.	21,72 3,47	id.	id.	id.	id.	id.	id.	+0,33 0	-0,9
AM1-1Mo	63	9,46 4,92	18,48 2,96	1,27 0,25	2,31 1,50	7,90 14,14	0,71 1,98	1,20 3,53	21,40	-6,5 -0,5	+1,7
AM1-5W	64	9,53 4,95	18,81 3,01	2,48 0,50	2,11 1,37	7,86 14,06	0,71 1,96	1,19 3,50	21,40	-1,9 -0,3	+0,4
AM1-5Al	58	9,15 4,76	16,97 2,71	2,35 0,47	2,26 1,47	7,65 13,70	0,74 2,07	1,26 3,69	21,40	-4,1 +0,8	+1,4
AM1-0,8Ti	60	9,27 4,82	17,54 2,81	2,42 0,48	2,28 1,48	8,03 14,37	0,49 1,36	1,23 3,63	21,32	-3,4 -0,5	+0,8
AM1-7Ta	61	9,33 4,85	17,84 2,85	2,36 0,47	2,29 1,49	7,98 14,29	0,72 2,01	1,07 3,15	21,41	-3,1 -1,3	+0,5

TABLEAU A-IV.6. Calcul de composition de phases de nuances modifiées de L'AM1 (6,5 Co - 7,5 Cr - 2 Mo - 5,5 W - 5,3 Al - 1,2 Ti - 8 Ta - % en pds) et variations d'écart paramétrique correspondantes.

γ
 γ'